Über die Fällung von Ferrichlorid- und Ferrisulfatlösungen durch Alkalilaugen und Alkalikarbonate.

Inaugural-Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

hohen philosophischen Fakultät

der

K. B. Friedrich-Alexanders-Universität Erlangen

vorgelegt

von

Friedrich Zuber

aus Würzburg.

ACAD. MED. RAT BIBL.

Tag der mündlichen Prüfung: 7. März 1912.

Erlangen.

K. B. Hof- und Univ.-Buchdruckerei von Junge & Sohn.

1912.

253

Gedruckt mit Genehmigung der hohen philosophischen Fakultät der Universität Erlangen.

Dekan: Herr Geh. Hofrat Prof. Dr. H. Varnhagen.
Referent: Herr Geh. Hofrat Prof. Dr. O Fischer.

Meinen Eltern

in Dankbarkeit

gewidmet.

Inhaltsangabe.

Seite

I. Versuche mit Ferrichloridlösungen 1
Einleitung 1
Reaktionslösungen und Analysengang 3
Darstellung einer $^1/_{10}$ Mol Sodalösung 4
Fällungserscheinungen 4
Versuche mit verdünnter Lösung 5
Versuche mit Kalilauge 6
„ „ $^1/_{10}$ Mol Pottaschelösung 7
„ „ $^1/_{10}$ Mol Ammoniaklösung 8
„ „ $^1/_{10}$ Mol Ammonkarbonatlösung 9
„ „ konzentrierten Lösungen 10
Molekulare Eisenlösung 12
Normalsodalösung 12
Versuche mit Sodalösung 13
„ „ Pottaschelösung 18
„ „ Natronlauge 23
„ „ Ammonkarbonat 28
„ „ Ammoniak 34

II. Versuche mit Ferrisulfatlösung 36
Versuche mit Natronlauge 36
„ „ Ammoniak 41

III. Resultate 44

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41543503_0113

I. Versuche mit Ferrichloridlösungen.

Einleitung.

Den Verlauf der Ausfällung von Schwermetallsalzlösungen durch Alkalilaugen stellt man allgemein durch folgende Reaktionsgleichung dar:

Metallsalz + Alkalihydroxyd = Metallhydroxyd + Alkalisalz.

Jedoch zeigen sich, je nach den Versuchsbedingungen, Abweichungen von den Aussagen obiger Gleichung. Gibt man z. B. die Alkalilösung tropfenweise zu gewissen Schwermetallsalzlösungen, so entsteht nicht sofort ein Niederschlag, sondern erst wenn eine gewisse Menge von Lauge zugesetzt worden ist. Andererseits kann bereits die Gesamtmenge des Schwermetalls ausgefällt sein, ehe noch die der stöchiometrischen Rechnung entsprechende Laugenmenge zugefügt ist. Untersucht man den bei der Fällung entstehenden Bodenkörper auf seine Bestandteile, so findet man in ihm nicht nur Schwermetall und Hydroxylgruppen, sondern auch Bestandteile der sonst noch an der Gesamtreaktion beteiligten Elemente.

Diese Erscheinung schreibt man dem Umstande zu, daß hier die Metallhydroxyde nicht in der gewöhnlichen Form, sondern als Kolloide auftreten. Die Niederschläge sind danach Hydrogele, welche Salze aus der Lösung „absorbiert" enthalten; die anfangs bei geringerem Laugenzusatz entstehenden dunkel gefärbten Flüssigkeiten sind Hydrosole. Wenn man bei steigenden Verdünnungen arbeitet, kann es vorkommen, daß man selbst mehr als die äquivalent berechnete Menge Lauge zusetzen kann, ohne daß eine Fällung erfolgt. Nur die Farbe des Reaktionsgemisches ändert sich, während bei gleichen Mengen

an Reagenzien in konzentrierteren Lösungen eine Niederschlagsbildung eintreten würde.

Das Ziel der nachstehend beschriebenen Versuche war festzustellen:

1. wie groß die zuzusetzende Menge der verschiedenen Laugen und Karbonatlösungen sein muß, damit in 0,1 und 1,0 molekularen Ferrichloridlösungen Niederschläge entstehen,
2. welchen Einfluß die Verdünnung auf die Ausfällung ausübt, und
3. welche Zusammensetzung die Niederschläge haben.

Die kolloidische Natur der Niederschläge aus Ferrichloridlösungen tritt deutlich zu Tage, wenn man zu einer Lösung von Ferrichlorid eine Lauge z. B. Natriumhydroxyd langsam und in nicht zu großer Menge zufließen läßt; es entsteht zwar eine geringe Trübung, die sich aber bald wieder auflöst. Das Reaktionsgemisch nimmt dabei eine rubinrote Färbung an. Erst wenn eine ganz bestimmte Laugenmenge zur Eisenlösung zugefügt wird, tritt ein bleibender Niederschlag auf; die überstehende Flüssigkeit erscheint nach dem Absetzen des Niederschlages meistens wasserklar. Schon die ersten Tropfen des Alkalihydroxyds bilden mit dem Ferrichlorid einen Eisenniederschlag, der aber kolloidisch in Lösung geht, und erst wenn die Lösung mit dem kolloidischen Produkt gesättigt ist, bewirkt ein weiterer Zusatz von Lauge die Ausfällung. Daß dabei die Verdünnung eine besondere Rolle spielt, ist bereits erwähnt.

Der Gang der Untersuchung war folgender: Zuerst wurden um Einblick in die Verhältnisse zu bekommen 0,1 mol. Lösungen von Ferrichlorid mit 0,1 mol. Lösungen der Alkalien titriert bis ein dauernder Niederschlag entstand; dabei traten Unterschiede zwischen den verschiedenen Laugen und Karbonaten zu Tage. Dann wurde zur Eisenlösung und zur Lauge vor der Mischung eine bestimmte Wassermenge gesetzt, um die Wirkung der Verdünnung auszuproben. Der individuelle Einfluß, den verschiedene Laugen und Karbonate haben, konnte auch hier deutlich wahrgenommen werden. Endlich wurde die quantitative Untersuchung der Niederschläge ausgeführt und festgestellt, wie sich die einzelnen Komponenten des Reaktionsgemisches bei zunehmender Verdünnung an der Niederschlagsbildung beteiligen; auch wurde der Einfluß der Zeit in Betracht gezogen, indem

die Niederschläge aus gleichen Reaktionsgemischen einmal sofort, einmal erst nach dreitägigem Stehen abfiltriert und analysiert wurden. Auch hier zeigten sich bemerkenswerte Unterschiede.

Die Resultate wurden tabellarisch zusammengestellt und graphisch durch Kurven sichtbar gemacht.

Reaktionslösungen und Analysengang.

Zunächst wurde eine $^1/_{10}$ molekulare Eisenlösung dargestellt. 1 Mol Fe Cl_3 sind = 269 g; da aber im Vorrat gehaltenes Eisenchlorid langsam Chlor verliert und meistens wasserhaltig ist, wurde ein Zuschlag von 10 % angewandt; 29,5 g des käuflichen $FeCl_3$ wurden zu 1 l gelöst. Da das feuchte Eisenchlorid auch weniger als die berechnete Menge Chlor enthält, wurden noch auf 1 l Lösung 10 ccm normal Salzsäure hinzugefügt. In dieser Lösung wurde der Gehalt an Eisen und Chlor bestimmt. Die Flüssigkeiten wurden stets in Enten abgewogen, um Fehler durch Verdunstung zu vermeiden. Das Eisen wurde mit Ammoniak gefällt, geglüht und als Fe_2O_3 gewogen. Das Chlor wurde durch Destillation mit konz. Schwefelsäure bestimmt[1]). Die abgewogene Probe kommt in einen schräg gelagerten langhalsigen Fraktionierkolben, dessen Destillierrohr oben in genügender Entfernung von der Kugel abzweigt, damit nichts übergerissen werden kann. Es ist nach unten umgebogen und in einen senkrecht stehenden Kühler geführt, der in einer Vorlage mündet. Auch um den Hals des Kolbens wurde zweckmäßig ein Kühler gelegt, um salzsäurehaltige Dämpfe sofort zu kondensieren und in den Kolben zurückzuführen. Zur Siedeerleichterung wurden in den Kolben Platinschnitzel gegeben. Durch die ganze Apparatur wurde dauernd ein langsamer Strom gereinigter Luft gesaugt, um die Salzsäuredämpfe völlig in die mit einigen ccm konz. Ammoniaks beschickte Vorlage zu treiben. Blasenzähler gestatteten die Stärke des Luftstromes zu beobachten. Die Substanz wurde im Kolben solange mit ca. 10 ccm reiner konz. Schwefelsäure erhitzt, bis schwere weiße Dämpfe sichtbar wurden. Der Inhalt der Vorlage wurde mit Salpetersäure angesäuert und das Chlor als AgCl gefällt und gewogen.

---

[1]) Joun. f. pr. Chem. 77 (1908) 249.

23,6576 g = 0,2030 g Fe_2O_3; 19,9337 g = 0,9408 g AgCl.
23,5975 g = 0,2029 g Fe_2O_3; 20,1588 g = 0,9500 g AgCl.
Mittel: 0,6008 % Fe + 1,1667 % Cl; 1 Fe: 3,0585 Cl.

100 g Lösung enthalten 0,6008 g Eisen, also sind 5,585 g (= $^1/_{10}$ Mol Eisen) in 929,64 g der Lösung enthalten.

929,64 g Lösung enthalten also 10,8458 g Cl, für 0,1 $FeCl_3$ berechnet: 3 × 0,1 Mol Cl = 10,6380 g Chlor. Also Chlorüberschuß + 0,2078 g Cl oder in 100 g $FeCl_3$ Lösung + 0,0224 g Cl.

Dieser Überschuß an Cl muß durch eine entsprechende Menge Alkali über die auf Fe äquivalent berechnete neutralisiert werden.

Darstellung einer $^1/_{10}$ Mol. Sodalösung.

10,6 g gereinigte und getrocknete Soda wurde in 1 l Wasser gelöst, Na als Chlorid und Sulfat bestimmt.

25,2400 g = 0,2907 g NaCl. Mittel: 0,4526 % Na.
27,4129 g = 0,3153 g NaCl.
25,2670 g = 0,3530 g Na_2SO_4.

100 g Sodalösung enthalten 0,4526 g Na, 508,10 g Lösung enthalten 2,300 g Na (= $^1/_{10}$ Mol); spez. Gewicht der Lösung = 1,0062. Die Sodalösung muß so auf die Eisenlösung eingestellt werden, daß das Chlor durch die entsprechende Menge Natrium neutralisiert wird. 929,64 g $FeCl_3$ Lösung enthalten 10,6380 g Cl = 7,0348 g Na.

1554,1 g Sodalösung enthalten = 7,0348 g Na, neutralisieren und fällen also genau die Eisenlösung.

Fällungserscheinungen.

In einem Becherglas wurden 93 g der Eisenlösung abgewogen; hierzu wurde aus einer Bürette die Sodalösung langsam innerhalb 2 Stunden zufließen lassen. Um einen dauernden Niederschlag in der Eisenlösung zu erzeugen, waren statt der berechneten 155,41 g, 141,6 ccm = 142,48 g der Sodalösung oder 91,68 % nötig. Die gelbrote Eisenlösung färbte sich bei Zugabe der Sodalösung allmählich tief dunkelrot; bei Zugabe von 141,6 ccm der Sodalösung wurde die Lösung opalisierend und dauernd trüb; sie blieb es auch bis zum andern Morgen. In einem zweiten Versuch wurden zu 93 g Eisenlösung rasch 140,0 ccm Sodalösung zufließen lassen. Es trat sofort eine Fällung ein. Der Niederschlag war heller gefärbt wie beim ersten Versuch. Nach 15 Minuten färbte sich die Reaktionsmasse unter langsamer

Kohlensäureentwicklung dunkler, ein Teil des Niederschlags schien sich gelöst zu haben. Nach weiteren 15 Minuten wurde die Lösung vollkommen klar und war tief dunkelrot gefärbt. Nach dreiwöchigem Stehen zeigte sich keine Veränderung mehr. Dieser Versuch bei dem nur 2,48 ccm Sodalösung weniger genommen wurde, als im Vorhergehenden zeigt 1. daß zur Erzeugung des dauernden Niederschlages in der Tat eine bestimmte Mindestmenge Soda erforderlich ist, 2. daß vor der Niederschlagsbildung ein definierter Zustand in der Reaktionsflüssigkeit besteht, der sich unter Auflösung, also Rückbildung der anfänglich niedergeschlagenen Stoffe einstellt und daß 3. die Ausbildung dieses Zustandes Zeit erfordert, also die Folge langsam ablaufender Reaktionen ist. Versuch 1 und 2 wurden durch parallele Versuche bestätigt.

Reziproker Versuch: Eisenlösung wurde zur Sodalösung zufließen lassen; es entstand sofort ein dauernder Niederschlag, der sich auch nach dreiwöchigem Stehen nicht löste. Die überstehende Flüssigkeit war vollkommen klar.

Versuche mit verdünnter Lösung.

a) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 90,7 g Wasser, ebenso 15,3 g Sodalösung mit 84,7 g Wasser verdünnt. Bei Zugabe der ganzen Menge Soda entstand in der Eisenlösung keine Trübung. Auch nach dreiwöchigem Stehenlassen blieb die Lösung vollkommen klar. Beim Kochen schied sich dagegen ein flockiger Niederschlag ab, der sich beim Erkalten größtenteils wieder löste, vollkommen jedoch erst nach ca. 5 Monaten.

b) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 40,7 g Wasser (also nur halb so stark) verdünnt, desgleichen 15,3 g Sodalösung mit 34,7 g Wasser. Die Sodalösung wurde zum Eisen fließen lassen, es entstand ein flockiger Niederschlag; überstehende Flüssigkeit wasserklar.

c) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 65,7 g Wasser, desgleichen 15,3 g Sodalösung mit 59,7 g aq verdünnt. Bei Zugabe der Soda- zur Eisenlösung entstand ein fein verteilter Niederschlag, der sich von der wasserklaren überstehenden Flüssigkeit schied.

d) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 80,7 g aq, 15,3 g Sodalösung mit 74,7 g aq verdünnt. Bei Gesamtzugabe der Soda blieb die

Eisenlösung vollkommen klar, nach Verlauf von ca. 2 Stunden zeigte sich ein rotbrauner Niederschlag. Es scheint mit der Verdünnung 1:9 die Niederschlagsgrenze erreicht zu sein.

Um die Niederschlagsgrenze in verschiedenen Verdünnungen genauer zu bestimmen wurde weiterhin die Eisenlösung mit der entsprechend verdünnten Sodalösung titriert.

a) 9,3 g 0,1 mol. Eisenlösung wurden titriert mit der 0,2 mol. Sodalösung. Dabei wurden verbraucht: 14,16 ccm = 14,3 g statt der berechneten 15,5 g = 92,25 %.

b) Verdünnung 50. 9,3 g Eisenlösung + 40,7 g aq; 15,3 g Sodalösung + 34,7 g aq; Zeit der Zugabe 1 Stunde. Zur Erzielung eines dauernden Niederschlages waren 50,3 und 50,8 ccm nötig. Mittel 50,55 ccm = 50,7 g entsprechend einem Zusatz von 101,4 % der berechneten Menge.

c) Verdünnung 75. 9,3 g Eisenlösung + 65,7 g Wasser, 15,3 g Sodalösung + 59,7 g Wasser. Ein dauernder Niederschlag trat erst bei Zugabe von 88,9 ccm = 89,43 g ein = 119,3 % der berechneten Menge (bestätigt durch drei Versuche).

d) Verdünnung 100. 9,3 g Eisenlösung + 90,7 g aq, 15,3 g Sodalösung + 84,7 g aq. Zeit der Zugabe 70 Minuten. Verbrauchte Sodamengen 122,2 ccm = 122,2 g entsprechend 122,2 % der berechneten Menge.

Versuche mit Kalilauge.

Zur Darstellung einer $^1/_{10}$ mol. Kalilauge wurden 15,6 g gereinigtes Kaliumhydroxyd zu 1 l Wasser gelöst. Analyse:

15,9993 g = 0,1053 g KCl. Mittel: 0,3454 %. K.
17,7946 g = 0,1171 g KCl.
11,9633 g = 0,0789 g KCl.

3,91 g Kalium (= $^1/_{10}$ Mol) sind in 1131,95 g Lösung enthalten. Dem Chlorüberschuß von 0,022 g Chlor in 100 g Eisenlösung entsprechen 0,02426 g Kalium oder 10,52 g obiger Kalilauge. 929,64 g Eisenlösung entsprechen 3462,22 g Kalilauge.

Versuche.

a) 9,3 g der Eisenlösung wurden mit obiger Kalilauge titriert. Bei Zugabe von 20 ccm trat geringe Trübung und Opaleszieren ein; bei 30,8 ccm entstand ein deutlicher Niederschlag, der jedoch

mehr pulveriges Aussehen hatte; die überstehende Flüssigkeit war trüb. Bis zum andern Morgen hatte sich der Niederschlag vollkommen gelöst, die Flüssigkeit war klar und von tief dunkelroter Farbe, es waren noch 2,5 ccm Kalilauge nötig, um einen dauernden Niederschlag zu erzeugen Die überstehende Flüssigkeit war vollkommen wasserhell. Parallelversuche ergaben 32,6 ccm und 33,0 ccm, Mittel: 32,8 ccm = 32,06 g = 95,205 % der berechneten Menge.

b) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 40,7 g Wasser, 34,6 g Kalilauge mit 15,4 g verdünnt. Bei rascher Zugabe der Gesamtlauge entstand ein dauernder Niederschlag. In zwei weiteren Versuchen wurde die Eisenlösung mit der Kalilauge in obiger Verdünnung titriert. Verbrauchte Mengen: 49,3 ccm, 49,0 ccm, mittel: 49,15 ccm = 49,5 g = 99 %.

c) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 65,7 g Wasser, 34,6 g Kalilauge mit 40,4 g verdünnt. Beim raschen Vermischen der Lösungen entstand ein flockiger Niederschlag. Die Eisenlösung wurde hierauf mit Kalilauge in obiger Verdünnung titriert. Verbraucht 74,5 ccm, 74,8 ccm, mittel: 74,65 ccm = 74,9 g = 99,86 % der berechneten Menge.

d) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 90,7 g aq, 34,6 g Kalilauge mit 65,4 g aq verdünnt. Wurde die Gesamtmenge Kalilauge rasch mit der Eisenlösung vermischt, so blieb die Lösung klar, erst nach längerem Stehen zeigte sich ein flockiger Niederschlag. Beim Austitrieren in dieser Verdünnung konnten 100,9 ccm und 101,4 ccm, mittel: 101,2 ccm zugesetzt werden; entsprechend 101,2 g = 101,2 % der berechneten Mengen.

Versuche mit $^1/_{10}$ mol. Pottasche.

Zur Darstellung einer $^1/_{10}$ mol. Pottaschelösung wurden 14,5 g durch Umkristallisieren gereinigte und getrocknete Pottasche zu 1 l gelöst. Analyse:

17,2103 g = 0,2968 g KCl. Mittel: 0,9045 % K.
13,1951 g = 0,2276 g KCl.

In 100 g Lösung sind 0,9045 g K, in 432,3 g sind 3,91 g K = $^1/_{10}$ Mol enthalten. Dem Chlorüberschuß in 100 g Eisenlösung entsprechen 0,02426 g K. 929,64 g Eisenlösung entsprechen also 1322,06 g Pottaschelösung.

Versuche.

a) Zu 9,3 g Eisenlösung wurden rasch 13,3 g Pottaschelösung gegeben. Es entstand ein flockiger Niederschlag. Beim Austitrieren wurden gefunden 12,1 und 12,2 ccm, mittel: 12,15 ccm = 12,3 g, entsprechend 92,48 % der berechneten Menge.

b) 9,3 g Eisenlösung wurden mit 15,7 g Wasser, 13,3 g Pottaschelösung mit 11,7 g verdünnt. Beim raschen Vermischen entstand ein flockiger Niederschlag. Beim Austitrieren wurde gefunden: 23,1 ccm, 23,3 ccm, mittel: = 23,2 ccm = 23,3 g = 93,2 % der berechneten Mengen.

c) 9,3 g Eisenlösung + 40,7 g Wasser, 13,3 g Pottaschelösung + 36,7 g. Beim raschen Vermischen entstand sofort ein Niederschlag, beim Titrieren wurden verbraucht: 48,2 und 48,0 ccm, mittel: 48,1 ccm = 48,1 g entsprechend 96,2 % der berechneten Menge.

d) 9,3 g Eisenlösung + 65,7 g Wasser, 13,3 g Pottaschelösung + 61,7 g. Beim raschen Zusammengeben der abgewogenen Mengen entstand sofort ein flockiger Niederschlag. Titration: 72,65 ccm; 72,7 ccm, mittel: 72,68 ccm = 72,7 g = 96,93 % der berechneten Menge.

e) 9,3 g Eisenlösung + 90,7 g Wasser, 13,3 g Pottaschelösung + 86,7 g. Beim Vermischen entstand nach kurzer Zeit ein flockiger Niederschlag. Beim Austitrieren wurden verbraucht: 97,5 und 97,8 ccm, mittel: 97,65 ccm = 97,7 g = 97,7 % der berechneten Menge.

Versuche mit $^1/_{10}$ mol. Ammoniaklösung.

Zur Darstellung einer $^1/_{10}$ mol. Ammoniaklösung wurde eine abgewogene Menge konz. Ammoniak von bekanntem spez. Gewicht mit der berechneten Menge Wasser verdünnt. Der Gehalt an NH_3 wurde durch Titrieren mit einer $^1/_{10}$ n Oxalsäure bestimmt. Indikator Methylorange. Analysen:

27,0 ccm = 23,80 ccm 0,1 n Oxalsäure.
28,2 ccm = 24,90 ccm 0,1 n Oxalsäure.
30,0 ccm = 26,55 ccm 0,1 n Oxalsäure.

Mittel: 100 ccm = 88,31 ccm Oxalsäure = 0,1504 % NH_3.

Um den Chlorüberschuß in je 100 g Eisenlösung zu neutralisieren, sind 0,01057 g NH_3 nötig, entsprechend 7,0510 g NH_3 Lösung.

929,64 g Eisenlösung entsprechen 3468,72 g NH_3-Lösung.

Versuche.

a) 9,3 g Eisenlösung wurden mit obiger NH_3-Lösung titriert und verbraucht: 29,15 ccm, 29,1 ccm = 29,1 g = 83,81 % der berechneten Mengen. Ein anfangs entstandener Niederschlag löste sich nach längerem Stehen wieder zu einer tiefdunkelroten Flüssigkeit, der bei obiger Grenze entstandene Niederschlag löste sich selbst nach längerem Stehen nicht mehr auf. Die überstehende Flüssigkeit war schwach gelblich gefärbt.

b) 9,3 g Eisenlösung + 40,7 g Wasser, 34,6 g NH_3-Lösung + 15,4 g. In dieser Verdünnung wurden verbraucht: 43,1 ccm und 43,1 ccm = 43,1 g der NH_3-Lösung. Überstehende Flüssigkeit schwach gelblich. Die zugesetzte Menge entspricht 86,2 % der berechneten.

c) 9,3 g Eisenlösung + 65,7 g Wasser, 34,6 g NH_3-Lösung + 40,4 g. Beim raschen Vermischen entstand ein flockiger Niederschlag, beim Austitrieren wurden verbraucht: 64,8 ccm und 64,8 ccm = 64,8 g entsprechend 86,4 % der berechneten Menge.

d) 9,3 g Eisenlösung + 90,7 g Wasser, 34,6 g NH_3-Lösung + 65,4 g. Beim raschen Vermischen der abgewogenen Mengen trat sofort Niederschlagsbildung ein; Titration: 90,0 ccm und 89,3 ccm, mittel: 89,65 ccm = 89,65 g NH_3 Lösung = 89,65 % der berechneten Mengen.

Versuche mit Ammonkarbonat.

Zur Darstellung einer $^1/_{10}$ mol. Ammonkarbonatlösung wurden ca. 10 g Ammonkarbonat zu 1 l gelöst. Der Gehalt, auf NH_3 berechnet, wurde durch Titrieren mit $^1/_{10}$ n Salzsäure gefunden. 10 ccm Karbonatlösung entsprechen im mittel 18,29 ccm $^1/_{10}$ n HCl. 1000 ccm Ammonkarbonatlösung entsprechen 1829 ccm $^1/_{10}$ n HCl oder 3,1155 g NH_3. In je 546,8 ccm = 552,3 g Ammonkarbonatlösung sind 1,7034 g NH_3 enthalten. Um den Chlorüberschuß in 929,64 g Eisenlösung zu neutralisieren, sind 0,09985 g NH_3 entsprechend 32,3759 g Karbonatlösung nötig. 929,64 g Eisenlösung entsprechen 1687,27 g Ammonkarbonatlösung.

Versuche.

a) 9,3 g Eisenlösung wurden mit obiger Karbonatlösung titriert und verbraucht: 16,35 ccm, 16,4 ccm, mittel: 16,37 ccm

= 16,52 g = 97,88 % der berechneten Menge; überstehende Flüssigkeit wasserhell.

b) 9,3 g Eisenlösung + 40,7 g Wasser, 16,9 g Karbonatlösung + 33 g Wasser. Beim raschen Vermischen entstand sofort ein Niederschlag. Titration: 51,4 ccm, 51,6 ccm mittel 51,5 ccm = 51,6 g entsprechend 103,2 % der berechneten Menge.

c) 9,3 g Eisenlösung + 65,7 g Wasser, 16,9 g Karbonatlösung + 58,1 g Wasser, Titration: 77,35 ccm und 77,3 ccm = 77,35 g Karbonatlösung entsprechend 103,2 % der berechneten Menge.

d) 9,3 g Eisenlösung + 90,7 g Wasser, 16,9 g Karbonatlösung + 83,1 g; Titration: 104,5 ccm; 104,7 ccm, mittel: 104,6 ccm entsprechend 104,6 % der berechneten Menge. Überstehende Flüssigkeit wasserklar.

Versuche mit konzentrierten Lösungen.

Bei den nun folgenden Versuchen wurden molekulare Eisen- bezw. doppelt molekulare Laugenlösungen zur Anwenwendung gebracht und die gewünschte Verdünnung aus diesen durch Zusatz der berechneten Wassermenge erreicht. Zunächst wurde durch Wasserzusatz die gewünschte Verdünnung der Eisen- und Laugenmenge hergestellt; hierauf wurde die Eisenlösung mit der verdünnten Lauge bis zum Auftreten eines dauernden Niederschlages titriert. Dann wurde zu allen Versuchen die gleiche, 0,1 Mol Eisen enthaltende Menge $FeCl_3$-Lösung in einem Becherglase und die durch Titration ermittelte zur Fällung gerade ausreichende Menge Alkalilösung in einem anderen Becherglase abgewogen und beide zur innigen Vermischung gleichzeitig in einem Zuge in ein bereitstehendes drittes Becherglas gegossen. Die Bechergläser wurden mit etwas Wasser nachgespült. Die Reaktionsgemische wurden auf einer Wage abgewogen, die 0,01 g noch mit Genauigkeit abzuwägen gestattete. Das Reaktionsgemisch wurde mit einem Glasstab umgerührt, und hierauf unter Anwendung einer Nutsche mit gehärtetem Filter der Filtration unterworfen. Der Bodenkörper wurde so gut wie möglich von der Mutterlauge befreit, und noch feucht in ein mit eingeschliffenem Glasstöpsel versehenes Wägegläschen gebracht. Die für die einzelnen Analysen verwendeten Portionen wurden dann sofort in bereitstehende

Bechergläser bezw. Kolben ausgewogen. Ein unter denselben Bedingungen entstandenes Reaktionsgemisch wurde erst nach 3 Tagen filtriert. um zu kontrollieren, ob der anfänglich entstandene Niederschlag durch das Stehen unter der Mutterlauge eine Veränderung erleidet.

Die Eisenbestimmung wurde in der Weise durchgeführt, daß die abgewogene Probe unter Zugabe einiger Tropfen Salpetersäure gelöst, und mit einigen ccm konz. NH_3 gefällt wurde. Nachdem sich der flockige Eisenniederschlag abgesetzt hatte, wurde einigemale dekantiert, der Niederschlag quantitativ auf dem Filter gesammelt und mit heißem, ammoniakhaltigem Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaktion ausgewaschen. Der getrocknete Niederschlag wurde lege artis bis zur Gewichtskonstanz geglüht. Das Filtrat des Eisenniederschlages enthielt das Alkali; die Waschwasser wurden daher auf einem Sandbad so weit wie möglich eingeengt. Da sie beträchtliche Mengen Ammonsalze enthielten, die vor der Alkalibestimmung entfernt werden mußten, wurde das eingeengte Filtrat in kleine Bechergläser gespült, auf dem Sandbad zur Trockene eingedampft und solange erhitzt, bis keine weißen Dämpfe mehr entwichen. Porzellantiegel erwiesen sich als unzweckmäßig, da das Überkriechen der Ammonsalze nicht zu verhindern war. Der Inhalt jedes Becherglaschens wurde sodann quantitativ in einen tarierten Porzellantiegel gespült und unter Zugabe einiger Tropfen konz. Salzsäure auf dem Sandbade zur Trockene verdampft. Um die letzten Reste Ammonsalze zu vertreiben, wurde der Tiegel bis zur Gewichtskonstanz auf dem Tondreieck unter Zuhilfenahme einer schwachen Bunsenflamme geglüht und hierauf im Exsikator erkalten lassen. Die Bestimmung der Kohlensäure erfolgte nach Fresenius. Sie wurde mit Salzsäure aus ihrer Verbindung frei gemacht und in einem U-Rohr von Natronkalk absorbiert und gewogen. Die Substanz befindet sich mit Wasser in einem Kolben, durch dessen Hals luftdicht ein Tropftrichter mit langem Rohr, sowie ein Kühler mit Gasableitungsrohr eingesetzt ist. Der Tropftrichter enthält einige ccm HCl (1:5), die man durch Öffnen des Glashahns zur Substanz fließen läßt; die CO_2 entweicht durch das Ableitungsrohr, wird durch die Chlorcalciumröhren getrocknet und von den Natronkalkröhren absorbiert. Um die letzten Reste CO_2 aus-

zutreiben, schließt man den Hahn des Tropftrichters und bringt den Inhalt des Kolbens kurz zum Sieden. Die Gasflamme wird sodann abgedreht, der Hahn des Tropftrichters wieder geöffnet und ein langsamer Strom CO_2 freier Luft durch den Apparat gesaugt. Der Wasserdampf wird durch den Kühler sowie durch die vorgeschalteten Chlorcalciumröhren zurückgehalten. Die Stärke des Luftstromes kann an einem Blasenzähler sowie an den aufsteigenden Luftblasen des bis in den Kolbeninhalt reichenden Tropftrichterrohres beobachtet werden. Die einzelnen Glasröhren waren durch Stücke aus bestem Gummischlauch luftdicht miteinander verbunden. Zum Schutze der Natronkalkröhren wurde noch ein weiteres Chlorcalciumrohr hintergeschaltet.

Die Clorbestimmungen wurden mit Hilfe des bereits beschriebenen Apparates durchgeführt. Aus dem Prozentgehalt der einzelnen Bestandteile des Niederschlages wurde das Molverhältnis berechnet, auf Eisen bezw. Chlor = 1. Diese gefundenen Verhältniszahlen geben dann ein Bild von der Zusammensetzung des Niederschlages.

Versuche mit molekularer Eisenlösung.

Zur Darstellung einer molekularen Eisenchloridlösung wurden ca. 300 g des käuflichen Eisenchlorids zu 1 l gelöst und je zu 1 l noch 10 g konz. HCl zugefügt. Analysen:

7,0650 g = 0,4062 g Fe_2O_3; 4,1444 g = 1,3106 g AgCl.
3,0579 g = 0,1758 g Fe_2O_3; 3,8268 g = 1,2087 g AgCl.
Mittel: 4,0214 % Fe = 1,0000 Mol. Fe.
7,8184 % Cl = 3,0621 Mol. Cl.

In 1388,8 g der Eisenlösung sind 55,85 g Eisen = 1 Mol enthalten und 108,5828 g Cl, statt der äquivalenten 3 Cl = 106,38 g, also 2,2028 g Cl im Überschuß.

Normal-Sodalösung.

Zur Darstellung einer n-Sodalösung wurden ca 150 g gereinigte Soda auf 1 l Wasser gelöst; Analyse:

3,9670 g = 0,2567 g NaCl. Mittel: 2,5471 % Na.
4,9172 g = 0,3182 g NaCl.

902,98 g Lösung enthalten 23,00 g Na = 1 Mol; dem Chlorüberschuß in 1388,82 g Eisenlösung entsprechen 1,42877 g Na oder 56,095 g Sodalösung. 1388,8 g Eisenlösung entsprechen 2765,035 g Sodalösung; spez. Gew. der Sodalösung 1,05631.

Bei diesen Versuchen sollte festgestellt werden, in welchem Verhältnis die einzelnen Reaktionsbestandteile (Eisen, Chlor, Natrium, Kohlensäure) im Niederschlage und im Filtrat stehen, und wie groß der Einfluß der Wassermengen auf die Zusammensetzung des Niederschlages ist. Berechnung der Wassermengen:

13,8882 g Eisenlösung = 1,6443 g feste Sub. + 12,2357 g H_2O.
27,6510 g Sodalösung = 1,6229 g feste Sub. + 26,0281 g H_2O.
= 3,2672 g feste Sub. 38,2638 g H_2O.

Darin ist 0,01 Mol Fe enthalten, also 1 Fe: $\frac{38{,}2638}{18{,}016} \times 100$ = 212,43 Mol H_2O. Um z. B. die Verdünnung 250 Mol. zu erhalten sind 250 — 212,43 = 37,57 Mol = $\frac{37{,}57 \times 18{,}016}{100}$ = 6,7763 g Wasser hinzuzusetzen. Entsprechend ist die Berechnung für 500, 750, 1000, 1500, 2000, 5000 und 10000 Mol H_2O: 1 Fe, welche Verdünnungen immer eingehalten wurden.

Verdünnung

auf 250 Mol.	= 6,7763 g H_2O.	1500 Mol.	= 230,715 g H_2O.
500 „	= 51,8163 „ „	2000 „	= 320,795 „ „
750 „	= 96,8563 „ „	5000 „	= 861,275 „ „
1000 „	= 140,635 „ „	10000 „	= 1762,75 „ „

Die Wassermengen verteilen sich auf die Eisen- und die Sodalösung in folgendem Verhältnis:

13,8882 g Eisenlösung = 12,2357 g aq = a
27,6510 g Sodalösung = 26,0281 g aq = b

auf die Eisenlösnng treffen $\frac{a}{a+b} = \frac{12{,}2357}{38{,}2638} = 31{,}98\%$

auf die Sodalösung treffen $\frac{b}{a+b} = \frac{26{,}0281}{38{,}2638} = 68{,}02\%$.

Die berechneten Mengen Wasser wurden in diesem Verhältnis auf die beiden Ausgangslösungen verteilt.

Versuche mit Sodalösung.

Nr. 1. Konzentrierte Lösung.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung verbrauchen 22,4 u. 22,5 ccm, mittel 22,71 g = 85,74%. 1 Fe: 3,45 l = 191,84 Mol. Wasser. 1 Cl: 0,8574 Na. Zum Versuche werden die doppelten Mengen genommen und die Sodalösung unter Umrühren rasch in die Eisenlösung eingegossen.

Analysen:

a) frisch. 45 Min. alt. 39,8 g Filtrat, schwach gelblich gefärbt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
13,5215	0,0030	Fe_2O_3	0,016 Fe		
	1,1380	AgCl	2,08 Cl	1,0000	
15,5628	0,0036	Fe_2O_3			
	0,5462	NaCl	1,38 Na	1,0224	
			Bodenkörper:		
2,6774	0,1233	Fe_2O_3			
	0,1129	NaCl			
2,1494	0,0991	Fe_2O_3	3,22 Fe	1,0000	
	0,0904	NaCl	1,66 Na	1,2483	0,8045
2,3910	0,3071	AgCl			
1,6188	0,2076	AgCl	3,17 Cl	1,5515	1,0000
1,1798	0,0122	CO_2			
3,2128	0,0322	CO_2	1,02 CO_2	0,4008	0,2583

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

verunglückt.

Bodenkörper:

3,9981	0,1836	Fe_2O_3			
	0,1679	NaCl			
1,9192	0,0881	Fe_2O_3	3,21 Fe	1,0000	
	0,0805	NaCl	1,65 Na	1,2485	0,8378
4,1270	0,5072	AgCl			
3,3187	0,4074	AgCl	3,04 Cl	1,4903	1,0000
2,5640	0,0005	CO_2			
2,0218	0,0003	CO_2	0,02 CO_2	0,0068	0,0045

Nr. 2. V = 250 Mol.

13,88 $FeCl_3$ Lösung + 3,47 g H_2O.
27,65 Na_2CO_3 Lösung + 6,48 g H_2O = 34,13 g.
Titration: 27,1 u. 27,2 ccm = 28,2 g = 87,41 %.
1 Fe: 4,12 l = 228,65 Mol H_2O.

Nr. 3. V = 500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 16,57 g H_2O.
27,65 g Na_2CO_3 Lösung + 35,25 g H_2O = 62,90 g.
Titration: 55,4 u. 55,7 ccm = 56,0 g = 89,03 %
1 Fe: 8,33 l = 462,76 Mol H_2O; 1 Cl: 0,8903 Na.
Analysen: (Doppelte Mengen, wie Nr. 2.)
a) frisch. 50 Min. alt. 142,6 g Ft. schwach gelblich.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis
			Filtrat:	
12,7742	0,0018	Fe_2O_3	0,01 Fe	
	0,4241	AgCl	0,82 Cl	1,0000
12,3580	0,0018	Fe_2O_3		
	0,1772	NaCl	0,56 Na	1,0589

Bodenkörper:

1,3714	0,0297	Fe_2O_3			
	0,0180	NaCl			
1,8867	0,0413	Fe_2O_3	1,52 Fe	1,0000	
	0,0249	NaCl	0,52 Na	0,8256	0,7334
1,3995	0,0616	AgCl			
1,1597	0,0510	AgCl	1,09 Cl	1,1256	1,0000
1,0402	0,0066	CO_2			
1,3354	0,0079	CO_2	0,61 CO_2	0,5109	0,4539

b) nach 3 Tagen. Filtrat verunglückt.

Bodenkörper:

2,7724	0,1020	Fe_2O_3			
	0,0436	NaCl			
2,4831	0,0913	Fe_2O_3	2,57 Fe	1,0000	
	0,0389	NaCl	0,62 Na	0,5829	0,6923
2,5328	0,1408	AgCl			
1,9754	0,1098	AgCl	1,37 Cl	0,8419	1,0000

Nr. 4. V = 750 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 30,97 g H_2O.
27,65 g Na_2CO_3 Lösung + 65,89 g H_2O = 93,52 g.
Titration: 82,8 und 82,5 ccm, mittel 83,97 g = 89,78 %.
1 Fe : 12,58 l = 697,86 Mol. H_2O.

Nr. 5. V = 1000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 44,97 g H_2O.
27,65 g Na_2CO_3 Lösung + 95,66 g H_2O = 123,31 g.
Titration: 111,5 u. 111,9 ccm; mittel: 113,26 g = 91,85 %.
1 Fe: 16,89 l = 937,99 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9185 Na.

Analysen:

a) frisch. 45 Min. alt. 170,6 g Ft. klar, Fe frei, schwach alkal.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
4,7011	0,0893	AgCl			
5,8205	0,1105	AgCl	0,48 Cl	1,0000	
12,9494	0,1020	NaCl			
11,8100	0,0923	NaCl	0,31 Na	1,0130	
		Bodenkörper:			
1,5231	0,0482	Fe_2O_3			
1,7024	0,0538	Fe_2O_3	2,21 Fe	1,0000	
1,4345	0,0384	AgCl			
1,2815	0,0344	AgCl	0,66 Cl	0,4727	1,0000
1,3525	0,0179	NaCl			
1,5624	0,0211	NaCl	0,53 Na	0,5774	1,2214
2,7145	0,0229	CO_2			
2,2042	0,0185	CC_2	0,84 CO_2	0,4829	1,0240

b) 3 Tage alt. 168,2 g schwach alkalisch; mit Barytwasser schwach CO_2.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
19,1198	0,4259	AgCl			
22,5208	0,5012	AgCl	0,55 Cl	1,0000	
14,2514	0,1417	NaCl			
13,0452	0,1293	NaCl	0,39 Na	1,0932	

Bodenkörper:

2,2542	0,0728	Fe_2O_3			
	0,0308	NaCl			
1,9953	0,0651	Fe_2O_3	2,27 Fe	1,0000	
	0,0270	NaCl	0,53 Na	0,5722	1,4570
1,8547	0,0426	AgCl			
2,5136	0,0573	AgCl	0,56 Cl	0,3927	1,0000
4,2654	0,0027	CO_2			
3,3804	0,0025	CO_2	0,07 CO_2	0,0383	0,0976

Nr. 6. V = 1500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 73,78 H_2O.
27,65 g Na_2CO_3 Lösung + 156,94 H_2O = 184,59 g.
Titration: 171,6 u. 172,0 ccm; mittel: 173,17 g = 93,81 %.
1 Fe : 25,76 l = 1430,23 Mol H_2O.

Nr. 7. V = 2000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 102,8 g H_2O.
27,65 g Na_2CO_3 Lösung + 218,2 g H_2O = 245,86 g.
Titration: 231,3 u. 231,0 ccm; mittel: 232,54 g = 94,58 %.
1 Fe : 34,60 l = 1920,79 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9458 Na.

Analysen:

a) frisch. 80 Min. alt. 281,3 g Ft.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
35,4747	0,4118	AgCl			
24,6107	0,2860	AgCl	0,29 Cl	1,0000	
31,5671	0,1479	NaCl			
25,7134	0,1199	NaCl	0,18 Na	0,9863	
			Bodenkörper:		
1,6590	0,0592	Fe_2O_3			
	0,0165	NaCl			
1,5442	0,0538	Fe_2O_3	2,47 Fe	1,0000	
	0,0135	NaCl	0,37 Na	0,3623	1,1998
1,7906	0,0342	AgCl			
3,0212	0,0578	AgCl	0,47 Cl	0,3020	1,0000
2,5014	0,0204	CO_2			
2,1183	0,0174	CO_2	0,82 CO_2	0,4212	1,3949
b) nach 3 Tagen.			Filtrat:		
33,7891	0,3936	AgCl			
26,3145	0,3067	AgCl	0,29 Cl	1,0000	
22,3313	0,1068	NaCl			
32,3887	0,1540	NaCl	0,19 Na	1,0035	
			Bodenkörper:		
2,3182	0.0990	Fe_2O_3			
	0,0328	NaCl			
2,5088	0,1073	Fe_2O_3	2,99 Fe	1,0000	
	0,0348	NaCl	0,55 Na	0,4477	1,9702
1,3588	0,0237	AgCl			
2,1113	0,0368	AgCl	0,43 Cl	0,2273	1,0000

Nr. 8. V = 5000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 275,4 g H_2O.
27,65 g Na_2CO_3 Lösung + 585,86 g H_2O = 613,51 g.
Titration: 591,2 u. 591,0 ccm; mittel: 592,1 g = 96,51 %.
1 Fe : 87,72 l = 4868,89 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9651 Na.

Analysen:

a) frisch. 2 Stunden alt. 881,1 g Ft. spurenweise sauer.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
42,4977	0,1969	AgCl			
46,4918	0,2154	AgCl	0,11 Cl	1,0000	
27,3110	0,0421	NaCl			
26,0563	0,0402	NaCl	0,06 Na	0,8161	
			Bodenkörper:		
1,2874	0,1229	Fe_2O_3			
	0,0259	NaCl			
0,8482	0,0811	Fe_2O_3	6.68 Fe	1,0000	
	0,0171	NaCl	0,79 Na	0,2879	2,4130
0,6447	0,0132	AgCl			
0,8849	0,0181	AgCl	0,51 Cl	0,1193	1,0000
0,8428	0,0167	CO_2			
0,7631	0,0151	CO_2	1,98 CO_2	0,3761	3,1522

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

30,7882	0,1504	AgCl			
24,8329	0,1212	AgCl	0,12 Cl	1,0000	
49,3389	0,0969	NaCl			
37,3241	0,0732	NaCl	0,08 Na	0,9855	
			Bodenkörper:		
1,7324	0,0761	Fe_2O_3			
	0,0180	NaCl			
1,0860	0,0479	Fe_2O_3	3,08 Fe	1,0000	
	0,0114	NaCl	0,41 Na	0,3241	2,1124
1,9304	0,0234	AgCl			
1,4106	0,0171	AgCl	0,30 Cl	0,1534	1,0000

Nr. 9. V = 10000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 563,6 H_2O.
27,65 g Na_2CO_3 Lösung + 1198,9 H_2O = 1226,55 g.
Titration: 1212,9 u. 1212,3 g = 1212,6 g = 98,86 %.
1 Fe : 178,7 l = 9918,9 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9986 Na.

Analysen:

a) frisch. 2 Stunden alt. 1795,1 g Ft. sehr schwach sauer.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
35,1463	0,0870	AgCl			
38,5355	0,0956	AgCl	0,061 Cl	1,0000	
37,1211	0,0372	NaCl			
31,9331	0,0321	NaCl	0,039 Na	0,9931	
			Bodenkörper:		
1,4122	0,1213	Fe_2O_3			
	0,0191	NaCl			
1,1130	0,0956	Fe_2O_3	6,01 Fe	1,0000	
	0,0151	NaCl	0,53 Na	0,2154	3,6510
1,0437	0,0095	AgCl			
1,0009	0,0091	AgCl	0,22 Cl	0,0590	1,0000
0,8618	0,0116	CO_2			
1,3044	0,0174	CO_2	1,34 CO_2	0,2831	4,7985

b) nach 3 Tagen.		Filtrat:			
54,3563	0,1351	AgCl			
50,1350	0,1255	AgCl	0,062 Cl	1,0000	
46,9840	0,0475	NaCl			
50,5289	0,0513	NaCl	0,040 Na	0,9959	
		Bodenkörper:			
1,3143	0,1124	Fe_2O_3			
	0,0177	NaCl			
1,1229	0,0962	Fe_2O_3	5,99 Fe	1,0000	
	0,0151	NaCl	0,53 Na	0,2147	3,6173
2,2141	0,0202	AgCl			
1,6447	0,0150	AgCl	0,22 Cl	0,0594	1,0000

Die Analysenresultate lassen erkennen, daß der bei der Umsetzung von Eisenchlorid- mit Sodalösung entstehende Bodenkörper beträchtliche Mengen an Chlor, Natrium sowie Kohlensäure enthält; während sich in konzentrierten Lösungen (bis etwa 800 Mol H_2O) das Chlor an der Bodenkörperzusammensetzung stärker beteiligt als das Alkali, überwiegt bei weiterer Verdünnung der Gehalt an Na. Die frischen Niederschläge enthalten Kohlensäure in fast gleichbleibender Menge, nach längerem Stehen entweicht diese jedoch vollständig. Die Ergebnisse aus den Analysen wurden tabellarisch zusammengestellt, und zur besseren Anschauung in Form von Kurven gezeichnet; auch wurden die Resultate der Titrationsversuche in derselben Weise dargestellt. Weitere Erläuterungen befinden sich bei den „Resultaten“ am Schlusse der Arbeit.

Um die individuelle Wirkung des Alkalis auszuproben, wurde eine Versuchsreihe in gleicher Weise mit Pottasche durchgeführt.

Versuche mit Pottaschelösung.

Zur Darstellung einer $1^1/_2$ mol. Pottaschelösung wurden 200 g getrocknete Pottasche zu 1 l gelöst. Analyse:

5,1105 g = 1,0581 g KCl. mittel: 10,8517 % K.
8,2463 g = 1,7055 g KCl.
24,0290 g = 310,7 ccm HCl (0,007664 HCl im ccm) mittel: 10,6238 % K.
22,6826 g = 293,2 ccm HCl Gesamtmittel: 10,7378 % K.

In 364,13 g Lösg.: 39,10 g K = 1 Mol.
13,8882 g Eisenlösg. entsprechen 1115,01 g Pottaschelösg.

Verdünnung auf:

250 Mol =	23,91 aq	1500 Mol =	249,11 aq
500 „ =	68,95 „	2000 „ =	339,18 „
750 „ =	113,99 „	5000 „ =	879,65 „
1000 „ =	159,02 „	10000 „ =	1780,4 „

Die Wassermengen verteilen sich:

$$\text{für Eisen } \frac{12{,}2357}{21{,}1302} = 57{,}907\,\%.$$

$$\text{für Pottasche } \frac{8{,}8945}{21{,}1302} = 42{,}093\,\%.$$

Nr 1. Versuch mit konzentrierter Lösung.

a) frisch. 17,5 g Filtrat, aufgefüllt auf (73,20) g.

angewandt g	gefunden g		% mittel		Molverhältnis	
			Filtrat:			
13,4712	0,6233	AgCl				
11,8772	0,5490	AgCl	1,144	Cl	1,0000	
13,6805	0,3268	KCl				
12,4533	0,2977	KCl	1,253	K	0,9835	
			Bodenkörper:			
2,7593	0,1596	Fe_2O_3				
	0,2440	KCl				
2,1528	0,1254	Fe_2O_3	4,059	Fe	1,0000	
	0,1916	KCl	4,652	K	1,6369	0,8909
2,0404	0,3900	AgCl				
2,0090	0,3852	AgCl	4,736	Cl	1,8374	1,0000
3,0710	0,0989	CO_2				
2,3123	0,0718	CO_2	3,163	CO_2	0,9889	0,5382

b) Nach 3 Tagen; 19,9 g Filtrat, aufgefüllt zu (79,80) g, schwach alkalisch, nur Spuren CO_2.

angewandt g	gefunden g		% mittel		Molverhältnis	
			Filtrat:			
10,7350	0,4867	AgCl				
9,1044	0,4203	AgCl	1,132	Cl	1,0000	
8,7624	0,2083	KCl				
7,0025	0,1667	KCl	1,247	K	0,9996	
			Bodenkörper, CO_2 frei:			
1,7587	0,1150	Fe_2O_3				
	0,1703	KCl				
2,5980	0,1691	Fe_2O_3	4,563	Fe	1,0000	
	0,2520	KCl	5,082	K	1,5909	0,8717
2,0992	0,4189	AgCl				
2,0933	0,4771	AgCl	5,287	Cl	1,8250	1,0000

Nr. 2. V = 250 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 13,85 g H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 10,06 g H_2O = 21,07 g.
Titration: 17,0 u. 17,6 ccm = 19,2 g = 91,24 %.
1 Fe : 4,341 l = 240,93 Mol H_2O.

Nr. 3. V = 500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 53,81 g H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 29,02 g H_2O = 40,03 g.
Titration: 35,7 und 35,7 ccm = 37,70 g = 94,17 %.
1 Fe : 8,790 l = 487,91 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9417 K.

Analysen: a) frisch. 86,6 g Filtrat. 50 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel		Molverhältnis	
			Filtrat:			
9,6888	0,3491	AgCl				
10,0826	0,3634	AgCl	0,891	Cl	1,0000	
11,4736	0,2149	KCl				
10,1333	0,1900	KCl	0,983	K	0,9997	
			Bodenkörper:			
1,4500	0,0627	Fe_2O_3				
	0,0386	KCl				
0,8911	0,0385	Fe_2O_3	3,023	Fe	1,0000	
	0,0239	KCl	1,401	K	0,6620	0,8516
1,4188	0,0858	AgCl				
1,9144	0,1152	AgCl	1,492	Cl	0,7775	1,0000
1,6590	0,0065	CO_2				
2,4486	0,0096	CO_2	0,392	CO_2	0,1646	0,2116
b) nach 3 Tagen.			Filtrat:			
12,4879	0,5725	AgCl				
7,1739	0,3288	AgCl	1,133	Cl	1,0000	
10,7495	0,2548	KCl				
10,6645	0,2522	KCl	1,242	K	0,9931	
			Bodenkörper, CO_2 frei:			
1,7294	0,1084	Fe_2O_3				
	0,0425	KCl				
1,9537	0,1226	Fe_2O_3	4,387	Fe	1,0000	
	0,0481	KCl	1,290	K	0,4200	0,6909
1,6092	0,1100	AgCl				
1,9907	0,1364	AgCl	1,693	Cl	0,6079	1,0000

Nr. 4. V = 750 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 66,01 g H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 47,98 g H_2O = 58,99 g Flüssigkeit.
Titration: 52,4 u. 52,2 ccm; mittel = 53,6 g = 90,86 %.
1 Fe : 12,99 l = 721,27 Mol H_2O.

Nr. 5. V = 1000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 92,08 g H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 66,40 g H_2O = 77,95 g.
Titration: 72,0 u. 72,0 ccm; mittel: 73,25 g = 93,97 %.
1 Fe : 17,56 l = 974,73 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9397 K.

Analysen: a) frisch. 173,5 g Ft.

angewandt g	gefunden g		% mittel		Molverhältnis
			Filtrat:		
9,3600	0,2135	AgCl			
8,4770	0,1940	AgCl	2,285	Cl	1,0000
4,7734	0,0547	KCl			
5,4138	0,0622	KCl	1,147	K	0,9650

Bodenkörper:

1,8810	0,0952	Fe_2O_3			
	0,0228	KCl			
1,0677	0,0539	Fe_2O_3	3,535 Fe	1,0000	
	0,0130	KCl	0,637 K	0,2574	0,6455
1,3988	0,0504	AgCl			
1,6021	0,0582	AgCl	0,895 Cl	0,3987	1,0000
1,8726	0,0020	CO_2			
1,0184	0,0012	CO_2	0,112 CO_2	0,0403	0,1011

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

26,6386	0,5845	AgCl			
22,0391	0,4838	AgCl	2,195 Cl	1,0000	
32,0722	0,3643	KCl			
23,6761	0,2702	KCl	1,136 K	0,9973	

Bodenkörper:

3,2985	0,1833	Fe_2O_3			
	0,0487	KCl			
3,1894	0,1817	Fe_2O_3	3,936 Fe	1,0000	
	0,0476	KCl	0,778 K	0,2825	0,7464
1,3988	0,0535	AgCl			
1,4442	0,0552	AgCl	0,946 Cl	0,3785	1,0000

Nr. 6. V = 1500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 144,25 g H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 104,86 g H_2O = 115,87 g.
Titration: 109,4 g = 94,42 %.
1 Fe : 26,39 l = 1464,9 Mol H_2O.

Nr. 7. V = 2000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 196,41 g H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 142,77 g H_2O = 153,78 g.
Titration: 146,2 u. 146,8 = mittel 146,5 g = 95,26 %.
1 Fe : 35,39 l = 1960,25 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9526 K.
Analysen: a) frisch 359,7 g Ft. neutral, wasserhell. 70 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
15,5172	0,1687	AgCl			
17,4732	0,1884	AgCl	0,268 Cl	1,0000	
25,1816	0,1400	KCl			
16,5498	0,0924	KCl	0,292 K	0,9893	
		Bodenkörper:			
2,2032	0,1223	Fe_2O_3			
	0,0163	KCl			
1,9711	0,1096	Fe_2O_3	3,886 Fe	1,0000	
	0,0142	KCl	0,383 K	0,1407	0,6586
2,2169	0,0473	AgCl			
1,4563	0,0310	AgCl	0,527 Cl	0,2137	1,0000

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

24,9877	0,1467	KCl			
16,0142	0,0943	KCl	0,308 K	0,9900	
20,0016	0,2283	AgCl			
17 1052	0,1954	AgCl	0,282 Cl	1,0000	

Bodenkörper:

1,4914	0,0938	Fe_2O_3			
	0,0124	KCl			
2,3647	0,1486	Fe_2O_3	4,397 Fe	1,0000	
	0,0195	KCl	0,434 K	0,1411	0,6636
1,4901	0,0358	AgCl			
	0,0343	AgCl	0,593 Cl	0,2127	1,0000

Nr. 8. V = 5000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 509,38 H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 370,28 H_2O = 381,29 g.
Titration: 381,0 u. 381,5 g = mittel 381,25 g = 99,98%.
1 Fe : 90,08 l = 4899,80 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9908 K.

Analysen: a) frisch. 917,7 g Ft. neutral, wasserhell. 75 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
27,1040	0,0698	KCl			
20,0183	0,0517	KCl	0,135 K	1,0129	
26,7725	0,1307	AgCl			
24,0662	0,1181	AgCl	0,121 Cl	1,0000	
		Bodenkörper:			
1,3553	0,1153	Fe_2O_3			
	0,0058	KCl			
1,6009	0,1370	Fe_2O_3	5,968 Fe	1,0000	
	0,0081	KCl	0,245 K	0,0586	0,8282
1,5375	0,0181	AgCl			
1,4523	0,0171	AgCl	0,291 Cl	0,0768	1,0000
b) nach 3 Tagen.		Filtrat:			
25,2043	0,1282	AgCl	0,126 Cl	1,0000	
22,1841	0,0596	KCl			
22,9353	0,0618	KCl	0,141 K	1,0169	
		Bodenkörper:			
1,4643	0,1121	Fe_2O_3			
	0,0058	KCl			
1,3639	0,1039	Fe_2O_3	5,341 Fe	1,0000	
	0,0057	KCl	0,213 K	0,0571	0,7436
0,9912	0,0104	AgCl			
1,3742	0,0145	AgCl	0,260 Cl	0,0767	1,0000

Nr. 9. V = 10000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 1030,99 H_2O.
11,01 g K_2CO_3 Lösung + 749,45 H_2O = 760,46 g.
Titration: 776,2 u. 776,5 g = mittel 776,4 g = 102,09%.
1 Fe : 181,75 l = 10088,25 Mol H_2O; 1 Cl : 1,0209 K.

Analysen: a) frisch. 1841,2 g Ft. neutral. 90 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis
		Filtrat:		
33,0288	0,0775	AgCl		
41,1391	0,0966	AgCl	0,058 Cl	1,0000
57,0966	0,0703	KCl		
44,9368	0,0554	KCl	0,065 K	1,0091

Bodenkörper:

1,6658	0,1671	Fe_2O_3			
	0,0034	KCl			
1,2475	0,1253	Fe_2O_3	6,832 Fe	1,0000	
	0,0033	KCl	0,123 K	0,0250	0,6703
1,0155	0,0068	AgCl			
1,7494	0,0118	AgCl	0,162 Cl	0,0373	1,0000
2,0877	0,0134	CO_2			
1,7428	0,0101	CO_2	0,611 CO_2	0,1104*)	2,9601

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

57,7883	0,1376	AgCl			
40,0265	0,0955	AgCl	0,059 Cl	1,0000	
56,6248	0,0694	KCl			
57,6681	0,0725	KCl	0,065 K	1,0013	

Bodenkörper:

1,2753	0,1263	Fe_2O_3			
	0,0030	KCl			
1,4161	0,1364	Fe_2O_3	6,832 Fe	1,0000	
	0,0036	KCl	0,128 K	0,0268	0,7198
1,1128	0,0071	AgCl			
1,0147	0,0068	AgCl	0,162 Cl	0,0373	1,0000

Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe sind bei den „Resultaten“ besprochen.

Die folgenden Versuche waren Umsetzungen von $FeCl_3$-Lösung mit einer Alkalilauge (NaOH). Es war festzustellen, inwiefern die Anwesenheit der Kohlensäure die Reaktionen der beiden vorausgegangenen Versuchsreihen beeinflußte.

Versuche mit Natronlauge.

Zur Darstellung einer doppeltmolekularen Natronlauge wurden 80 g reinster Natronlauge zu 1 l gelöst. Analyse:

6,9779 g = 0,6846 g NaCl. Mittel: 3,8643 % Na.
6,8002 g = 0,8736 g NaCl.
9,8861 g = 77,5 ccm HCl. Mittel: 784,458 % HCl (0,007664) =
9,3094 g = 73,1 ccm HCl. 3,8998 % Na.
9,1556 g = 71,8 ccm HCl. Gesamtmittel: 3,8820 % Na.

In 592,472 g Natronlauge ist = 1,00 Mol Na.
1388,82 g Eisenlösg. = 1814,221 g NaOH.

Verdünnung.

Verteilung des Wasserzusatzes auf:

$$\text{Eisen } \frac{12{,}2357}{29{,}1607} = 41{,}96\,\%.$$

$$\text{Natronlauge } \frac{16{,}925}{29{,}1607} = 58{,}04\,\%.$$

* Dieser isolierte Wert ist in die Kurvenzeichnung nicht aufgenommen worden.

Mol aq	g aq	Eisen	Na-Lauge
250	15,88	6,663 g	9,216 g
500	60,92	25,56 „	35,36 „
750	105,95	44,46 „	61,50 „
1000	151,0	63,357 „	87,64 „
1500	241,1	101,15 „	139,92 „
2000	331,15	138,95 „	192,2 „
5000	871,62	365,73 „	505,9 „
10000	1772,4	743,68 „	1028,7 „

Nr. 1. Konzentrierte Lösung.

13,88 g $FeCl_3$ verbrauchen 16,0 u. 16,0 ccm = 17,03 g der Lauge = 93,88 %. 1 Fe: 2,81 l = 156,11 Mol H_2O; 1 Cl: 0,9388 Na. Gleiche Mengen dienen zu den quantitativen Untersuchungen.

Analysen:

a) frisch: 31,2 g Ft., aufgefüllt zu (59,97 g), 12 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
7,9093	0,3980	AgCl			
7,6567	0,3861	AgCl	1,24 Cl	1,0000	
9,2135	0,1684	NaCl			
9,2044	0,1661	NaCl	0,71 Na	0,8897	
			Bodenkörper:		
2,3976	0,1570	Fe_2O_3			
	0,1166	NaCl			
2,8185	0,1857	Fe_2O_3	4,59 Fe	1,0000	
	0,1390	NaCl	1,93 Na	1,0184	1,0688
1,7719	0,1979	AgCl			
1,4565	0,1646	AgCl	2,78 Cl	0,9528	1,0000
b) nach 3 Tagen.			Filtrat:		
12,9645	0,9284	AgCl			
10,5197	0,7530	AgCl	1,77 Cl	1,0000	
11,3040	0,3264	NaCl			
10,2249	0,2952	NaCl	1,14 Na	0,9888	
			Bodenkörper:		
2,1244	0,1836	Fe_2O_3			
	0,0697	NaCl			
1,7794	0,1540	Fe_2O_3	6,0491 Fe	1,0000	
	0,0595	NaCl	1,3032 Na	0,5231	0,8642
1,9186	0,1796	AgCl			
1,5518	0,1464	AgCl	2,3248 Cl	0,6053	1,0000

Nr. 2. V = 250 Mol.

13,88 $FeCl_3$ Lösung + 6,66 g H_2O.
18,15 NaOH Lösung + 9,22 g H_2O = 27,37 g.
Titration: 24,2 u. 24,3 ccm; mittel 25,36 g = 92,67 %.
1 Fe: 4,31 l = 239,36 Mol H_2O.

Nr. 3. V = 500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 25,56 H_2O.
18,15 g NaOH Lösung + 35,36 H_2O = 53,51 g.
Titration: 50,0 u. 50,0 ccm; mittel 51,1 g = 95,31 %.
1 Fe : 8,77 l = 486,94 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9531 Na.

Analysen:

a) frisch. 105,2 g Ft.; 20 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
6,0361	0,2370	AgCl			
7,8073	0,3082	AgCl	0,97 Cl	1,0000	
8,5979	0,1398	NaCl			
10,7070	0,1738	NaCl	0,64 Na	1,0118	
			Bodenkörper:		
1,6730	0,1143	Fe_2O_3			
	0,0336	NaCl			
2,1916	0,1446	Fe_2O_3	4,70 Fe	1,0000	
	0,0437	NaCl	0,79 Na	0,4070	0,8562
1,4631	0,0837	AgCl			
0,8448	0,0485	AgCl	1,42 Cl	0,4754	1,0000

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

12,6589	0,5314	AgCl			
5,9636	0,2498	AgCl	1,04 Cl	1,0000	
11,7742	0,2050	NaCl			
16,6333	0,2890	NaCl	0,68 Na	1,0170	
			Bodenkörper.		
1,0959	0,0718	Fe_2O_3			
	0,0205	NaCl			
1,7102	0,1119	Fe_2O_3	4,58 Fe	1,0000	
	0,0317	NaCl	0,73 Na	0,3885	0,9239
0,9298	0,0460	AgCl			
1,1913	0,0588	AgCl	1,22 Cl	0,4204	1,0000

Nr. 4. V = 750 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 44,46 g H_2O.
18,15 g NaOH Lösung + 61,50 g H_2O = 79,65 g.
Titration: 73,60 u. 73,70 ccm; mittel 74,3 g = 93,28 %.
1 Fe : 12,98 l = 720,76 Mol H_2O.

Nr. 5. V = 1000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 63,36 g H_2O.
18,15 g NaOH Lösung + 87,64 g H_2O = 105,79 g.
Titration: 101,0 u. 101,1 ccm; mittel 101,3 g = 95,69 %.
1 Fe : 17,85 l = 990,99 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9569 Na.

Analysen:

a) frisch. 191,2 g Ft., schwach alkalisch; 40 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis
			Filtrat:	
19,6290	0,1604	NaCl		
18,3513	0,1497	NaCl	0,32 Na	0,9965
9,9690	0,2004	AgCl		
10,5809	0,2128	AgCl	0,50 Cl	1,0000

Bodenkörper:

1,7024	0,1235	Fe_2O_3			
	0,0278	NaCl			
1,4947	0,1076	Fe_2O_3	5,06 Fe	1,0000	
	0,0247	NaCl	0,65 Na	0,3105	1,1482
0,9310	0,0323	AgCl			
1,3207	0,0469	AgCl	0,87 Cl	0,2704	1,0000

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

8,7677	0,1997	AgCl			
17,9387	0,4086	AgCl	0,56 Cl	1,0000	
15,5998	0,1497	NaCl			
16,4309	0,1578	NaCl	0,38 Na	0,9674	

Bodenkörper:

2,3938	0,2549	Fe_2O_3			
	0,0270	NaCl			
1,4330	0,1530	Fe_2O_3	7,46 Fe	1,0000	
	0,0159	NaCl	0,44 Na	0,1433	0,5624
0,9159	0,0447	AgCl			
1,3931	0,0679	AgCl	1,21 Cl	0,2548	1,0000

Nr. 6. V = 1500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 101,15 g H_2O.
18,15 g NaOH Lösung + 139,92 g H_2O = 158,07 g.
Titration: 151,25 u. 150,8 ccm; mittel 151,71 g = 95,98 %.
1 Fe : 26,39 l = 1464,92 Mol H_2O.

Nr. 7. V = 2000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 138,95 g H_2O.
18,15 g NaOH Lösung + 192,20 g H_2O = 210,35 g.
Titration: 202,0 und 201,6 ccm; mittel 202,4 g = 96,22 %.
1 Fe : 35,24 l = 1956,7 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9622 Na.

Analysen:

a) frisch. 371,1 g Ft., neutral, wasserhell.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
27,5284	0,3240	AgCl			
29,8283	0,3514	AgCl	0,29 Cl	1,0000	
27,2167	0,1299	NaCl			
30,2728	0,1454	NaCl	0,19 Na	0,9970	
		Bodenkörper:			
1,6272	0,1550	Fe_2O_3			
	0,0301	NaCl			
1,6237	0,1550	Fe_2O_3	6,67 Fe	1,0000	
	0,0297	NaCl	0,72 Na	0,2635	0,9996
0,8710	0,0391	AgCl			
1,2193	0,0533	AgCl	1,12 Cl	0,2636	1,0000

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

19,0262	0,2246	AgCl			
21,6351	0,2554	AgCl	0,29 Cl	1,0000	
25,4181	0,1261	NaCl			
23,4190	0,1160	NaCl	0,20 Na	1,0297	

Bodenkörper:

1,5744	0,1511	Fe_2O_3			
	0,0157	NaCl			
1,4868	0,1429	Fe_2O_3	6,72 Fe	1,0000	
	0,0145	NaCl	0,39 Na	0,1402	0,6023
0,9215	0,0370	AgCl			
0,9964	0,0400	AgCl	0,99 Cl	0,2329	1,0000

Nr. 8. V = 5000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 365,73 g H_2O.
18,15 g NaOH Lösung + 505,90 g H_2O = 524,05 g.
Titration: 520,8 u. 519,2 ccm; mittel 520,8 g = 99,38%.
1 Fe : 89,76 l = 4982,50 Mol H_2O; 1 Cl : 0,0038 Na.
Analysen:
a) frisch: 926,1 g Ft., neutral. 1 Stunde alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
35,8747	0,1737	AgCl			
23,3885	0,1140	AgCl	0,12 Cl	1,0000	
51,3312	0,1010	NaCl			
49,3882	0,0971	NaCl	0,77 Na	0,9170	
		Bodenkörper:			
1,4163	0,1917	Fe_2O_3			
	0,0124	NaCl			
1,4604	0,1980	Fe_2O_3	9,47 Fe	1,0000	
	0,0125	NaCl	0,34 Na	0,0873	0,6902
1,3276	0,0408	AgCl			
0,9325	0,0287	AgCl	0,76 Cl	0,1264	1,0000
b) nach 3 Tagen.		Filtrat:			
30,9807	0,1320	AgCl			
26,7936	0,1191	AgCl	0,108 Cl	1,0000	
55,3075	0,0985	NaCl			
53,0032	0,0949	NaCl	0,070 Na	1,0006	
		Bodenkörper:			
1,3331	0,1488	Fe_2O_3			
	0,0092	NaCl			
2,0805	0,2300	Fe_2O_3	7,77 Fe	1,0000	
	0,0141	NaCl	0,27 Na	0,0841	0,8429
0,9177	0,0183	AgCl			
1,2648	0,0251	AgCl	0,49 Cl	0,0997	1,0000

Nr. 9. V = 10000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 743,68 g H_2O.
18,15 g NaOH Lösung + 1028,70 g H_2O = 1046,85 g.
Titration: 1041,0 u. 1043,0 ccm; mittel: 1042.0 = 99,54%.
1 Fe : 179,67 l = 9972,82 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9954 Na.
Analysen:
a) frisch: 1812,2 g Ft., neutral. 2 Stunden alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis
		Filtrat:		
56,6585	0,1319	AgCl		
53,0479	0,1236	AgCl	0,058 Cl	1,0000
57,6709	0,0547	NaCl		
58,1789	0,0550	NaCl	0,037 Na	0,9969

		Bodenkörper:			
1,7511	0,1830	Fe_2O_3			
	0,0041	NaCl			
1,5326	0,1606	Fe_2O_3	7,32 Fe	1,0000	
	0,0031	NaCl	0,086 Na	0,0285	0,6408
1,1023	0,0093	AgCl			
1,0654	0,0088	AgCl	0,207 Cl	0,0444	1,0000
b) nach 3 Tagen.		Filtrat:			
56,1534	0,1290	AgCl			
58,9695	0,1352	AgCl	0,057 Cl	1,0000	
59,8160	0,0559	NaCl			
59,6528	0,0551	NaCl	0,036 Na	0,4048	
		Bodenkörper:			
1,4236	0,1581	Fe_2O_3			
	0,0030	NaCl			
1,5865	0,1724	Fe_2O_3	7,68 Fe	1,0000	
	0,0031	NaCl	0,080 Na	0,0252	0,6098
1,0748	0,0091	AgCl			
1,2846	0,0101	AgCl	0,20 Cl	0,0414	1,0000

Die vorausgegangenen Versuche zeigen, daß durch das Karbonat die Gesamtreaktion wesentlich beeinflußt wird. Der in konzentrierter Lösung erzeugte Bodenkörper enthält geringere Mengen Cl und Na wie bei den anderen Versuchsreihen. Desgleichen beteiligen sich Alkali und Chlor auch in größerer Verdünnung nur in geringerem Maße an der Bildung des Bodenkörpers.

Der Zweck der folgenden Reihe war, festzustellen, ob die weniger dissoziierte Ammongruppe eine besondere Stellung bei der Entstehung und Zusammensetzung des Eisenniederschlags einnimmt.

Versuche mit Ammoniumkarbonat.

Zur Darstellung einer $1^1/_2$ mol. Ammonkarbonatlösung wurden 120 g kristallisiertes $(NH_4)_2CO_3$ zu 1 l gelöst. Der Gehalt an NH_3 wurde durch Titration mit $^1/_{10}$ n HCl bestimmt. Indikator Methylorange. Analyse:

7,9544 g = 113,26 ccm 0,1 HCl. Mittel: 142,452 ccm = 100 g Lösung
8,5848 g = 122,25 ccm 0,1 HCl. = 2,4265 % NH_3.
1388,82 g Eisenlösung = 2147,06 g Ammonkarbonatlösung.

Verdünnungen.

Faktor für Ammonkarbonatlösung $= \frac{20,0240}{32,2597} = 62,073\,\%$.

Mol aq.	g aq.	aq. Eisenl.	aq. Ammonk.-Lösg.
250	12,78	4,847	7,933
500	57,82	21,93	35,89

Mol aq.	g aq.	aq. Eisenl.	aq. Ammonk.-Lösg.
750	102,86	39,014	63,847
1000	147,9	56,1	91,8
1500	237,97	90,26	147,71
2000	328,05	124,43	203,62
5000	868,5	329,43	539,3
10000	1769,3	671,1	1098,3

Zur Analyse wurde das Ammoniak im Bodenkörper, sowie im Filtrat mit Kalilauge abdestilliert, in abgemessenen Mengen $^1/_{10}$ n HCl aufgefangen und durch Rücktitration der überschüssigen Säure bestimmt.

Nr. 1. Konzentrierte Lösung.

27,78 g $FeCl_3$ Lösung verbrauchen im mittel 39,2 ccm = 39,15 g zur Fällung = 87,12 %. 1 Fe : 3,00 l = 166,74 Mol H_2O.
In diesem Verhältnis wird der quantitative Versuch angesetzt.
Analysen:

a) frisch. 69,2 g Ft. wasserklar.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
5,2209	0,4924	AgCl			
2,8270	0,2658	AgCl	2,33 Cl	1,0000	
10,1140	64,10	HCl			
9,7296	62,00	HCl	1,08 NH_3	0,9673	
			Bodenkörper:		
1,3940	0,1076	Fe_2O_3			
1,3231	0,1036	Fe_2O_3	5,44 Fe	1,0000	
1,5851	0,1944	AgCl			
1,3785	0,1687	AgCl	3,03 Cl	0,8778	1,0000
2,3446	11,50	HCl			
2,7042	13,80	HCl	0,85 NH_3	0,5139	0,5855
2,5279	0,0211	CO_2			
2,1753	0,0196	CO_2	0,87 CO_2	0,2026	0,2308
b) nach 3 Tagen.			Filtrat:		
3,2045	0,3081	AgCl			
3,2967	0,3160	AgCl	2,38 Cl	1,0000	
10,3359	67,30	HCl			
12,1860	79,20	HCl	1,11 NH_3	0,9713	
			Bodenkörper:		
1,4271	0,1082	Fe_2O_3			
1,1973	0,0909	Fe_2O_3	5,31 Fe	1,0000	
1,3639	0,1321	AgCl			
1,2055	0,1164	AgCl	2,39 Cl	0,7101	1,0000
1,7436	8,60	HCl			
2,1051	10,10	HCl	0,83 NH_3	0,5120	0,7211

Nr. 2. V = 250 Mol.

13,89 g $FeCl_3$ Lösung + 4,85 g H_2O.
21,50 g $(NH_4)_2CO_3$ Lösung + 7,93 g H_2O = 29,43 g.
Titration: 27,3 u. 27,2 ccm; mittel 27,15 g = 92,24%.
1 Fe : 4,29 l = 237,995 Mol H_2O.

Nr. 3. V = 500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 21,93 g H_2O.
21,50 g $(NH_4)_2CO_3$ Lösung + 35,98 g H_2O = 57,48 g.
Titration: 54,6 u. 54,4 ccm; mittel 54,2 g = 94,29%.
1 Fe : 8,70 l = 482,79 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9429 NH_3.

Analysen:

a) frisch. 90,1 g Ft.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
9,1960	0,3775	AgCl			
8,0228	0,3296	AgCl	1,01 Cl	1,0000	
12,8049	35,70	HCl			
11,2381	31,35	HCl	0,47 NH_3	0,9734	
			Bodenkörper:		
1,1130	0,0719	Fe_2O_3			
0,8911	0,0569	Fe_2O_3	4,49 Fe	1,0000	
1,9749	0,1075	AgCl			
1,1002	0,0599	AgCl	1,35 Cl	0,4722	1,0000
1,9073	5,59	HCl			
1,8226	5,60	HCl	0,53 NH_3	0,3849	0,8152
1,7848	0,0169	CO_2			
1,9306	0,0171	CO_2	0,92 CO_2	0,2589	0,5483

b) nach 3 Tagen.

			Filtrat:		
9,2134	0,3811	AgCl			
9,8905	0,4060	AgCl	1,02 Cl	1,0000	
7,3033	20,50	HCl			
8,9336	25,07	HCl	0,48 NH_3	0,9763	
			Bodenkörper:		
1,1229	0,0779	Fe_2O_3			
0,9974	0,0697	Fe_2O_3	4,87 Fe	1,0000	
1,4103	0,0820	AgCl			
1,0137	0,0587	AgCl	1,44 Cl	0,4642	1,0000
1,5169	5,00	HCl			
1,4361	4,70	HCl	0,56 NH_3	0,3767	0,8114

Nr. 4. V = 750 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 39,01 H_2O.
21,50 g $(NH_4)_2CO_2$ Lösung + 63,85 H_2O = 85,35 g.
Titration: 81,7 u. 81,3 ccm; mittel 81,2 g = 95,14%.
1 Fe : 13,10 l = 727,40 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9514 NH_3.

Nr. 5. V = 1000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 56,10 H_2O.
21,50 g $(NH_4)_2CO_3$ Lösung + 91,80 H_2O = 113,30 g.
Titration: 109,2 u. 110,6 ccm; mittel 109,7 g = 96,82%.
1 Fe : 17,66 l = 980,31 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9682 NH_3.

Analysen:

a) frisch. 290,1 g Ft. 40 Min. alt.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
10,2916	0,1376	AgCl			
12,0581	0,1613	AgCl	0,33 Cl	1,0000	
23,7836	21,70	HCl			
20,8353	19,00	HCl	0,15 NH_3	0,9777	
			Bodenkörper:		
1,0376	0,0745	Fe_2O_3			
1.2753	0,0921	Fe_2O_3	5,04 Fe	1,0000	
1,0067	0,0436	AgCl			
1,3217	0,0574	AgCl	1,07 Cl	0,3355	1,0000
1,9557	3,17	HCl			
2,4001	3,70	HCl	0,27 NH_3	0,1753	0,5226
1,0398	0,0083	CO_2			
1,2700	0,0108	CO_2	0,82 CO_2	0,2077	0,6192
b) nach 3 Tagen.			Filtrat:		
13,0231	0,1750	AgCl			
11,3452	0,1521	AgCl	0,33 Cl	1,0000	
22,6589	20,80	HCl			
23,9550	21,95	HCl	0,16 NH_3	0,9794	
			Bodenkörper:		
1,4062	0,1015	Fe_2O_3			
1,0873	0,0785	Fe_2O_3	5,05 Fe	1,0000	
1,0185	0,0438	AgCl			
0,9823	0,0423	AgCl	1,06 Cl	0,3321	1,0000
1,1753	1,60	HCl			
1,4735	2,20	HCl	0,24 NH_3	0,1579	0,4754

Nr. 6. V = 1500 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 90,26 g H_2O.
21,50 g $(NH_4)_2CO_3$ Lösung + 147,71 g H_2O = 169,21 g.
Titration: 165,2 u. 163,8 ccm; mittel 164,0 g = 96,92 %.
1 Fe : 26,51 l = 1471,31 Mol H_2O.

Nr. 7. V = 2000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 124,43 H_2O.
21,50 g $(NH_4)_2CO_3$ Lösung + 203,62 H_2O = 225,21 g.
Titration: 221,3 u. 223,1 ccm; mittel 222,25 g = 98,72 %.
1 Fe : 35,75 l = 1984,15 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9872 NH_3.

Analysen:

a) frisch. 368,9 g Ft. anfangs trübe, dann wasserklar, neutral. 45 Min. alt.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis
			Filtrat:	
23,5436	0,3094	AgCl		
22,0381	0,2892	AgCl	0,32 Cl	1,0000
55,0653	49,40	HCl		
35,8546	32,13	HCl	0,15 NH_3	0,9786

Bodenkörper:

1,5981	0,1032	Fe_2O_3			
	0,0392	AgCl			
1,3143	0,0851	Fe_2O_3	4,52 Fe	1,0000	
	0,0322	AgCl	0,61 Cl	0,2112	1,0000
2,8752	2,20	HCl			
2,6453	2,02	HCl	0,13 NH_3	0,0944	0,4469
1,0240	0,0080	CO_2			
1,1513	0,0089	CO_2	0,78 CO_2	0,2181	1,0325

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

21,7651	0,2866	AgCl		
17,9580	0,2370	AgCl	0,33 Cl	1,0000
29,1871	26,5	HCl		
30,1343	27,5	HCl	0,16 NH_3	0,9898

Bodenkörper:

1,7482	0,1131	Fe_2O_3			
1,0063	0,0652	Fe_2O_3	4,53 Fe	1,0000	
1,0227	0,0240	AgCl			
0,9774	0,0230	AgCl	0,58 Cl	0,2022	1,0000
2,6143	2,00	HCl			
2,2115	1,65	HCl	0,13 NH_3	0,0932	0,4946

Nr. 8. V = 5000 Mol.

13,88 $FeCl_3$ Lösung + 341,66 g H_2O.
21,50 $(NH_4)_2CO_3$ Lösung + 539,11 g H_2O = 560,61 g.
Titration: 556,0 u. 557,0 g; mittel 556,5 g = 99,27 %.
1 Fe : 89,67 l = 4977,28 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9927 NH_3.
Analysen:
a) frisch. 911,0 g Ft. neutral. 50 Min. alt.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
59,2808	0,2862	AgCl			
44,7281	0,2170	AgCl	0,12 Cl	1,0000	
31,7168	10,50	HCl			
33,2570	11,50	HCl	0,058 NH_3	1,0023	
			Bodenkörper:		
2,0126	0,1389	Fe_2O_3			
	0,0198	AgCl			
1,3204	0,0915	Fe_2O_3	4,84 Fe	1,0000	
	0,0131	AgCl	0,24 Cl	0,0796	1,0000
2,1410	1,30	HCl			
2,6372	1,70	HCl	0,11 NH_3	0,0722	0,9081
1,1021	0,0040	CO_2			
2,2083	0,0074	CO_2	0,35 CO_2	0,0916	1,1509

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

47,7631	0,2310	AgCl			
36,1558	0,1746	AgCl	0,12 Cl	1,0000	
30,5922	10,50	HCl			
33,7370	11,50	HCl	0,058 NH_3	1,0145	

Bodenkörper:

1,7482	0,1227	Fe_2O_3			
1,3185	0,0921	Fe_2O_3	4,90 Fe	1,0000	
1,4179	0,0141	AgCl			
1,0052	0,0101	AgCl	0,25 Cl	0,0795	1,0000
2,1401	1,20	HCl			
1,9976	1,16	HCl	0,097 NH_3	0,0651	0,8184

Nr. 9. V = 10000 Mol.

13,88 g $FeCl_3$ Lösung + 671,1 g H_2O.
21,50 g $(NH_4)_2CO_3$ Lösung + 1098,3 g H_2O = 1119,80 g.
Titration: 1135,0 u. 1136,0 g; mittel: 1135,5 = 101,40 %.
1 Fe : 181,73 l = 10087,39 Mol H_2O; 1 Cl : 1,0140 NH_3.
Analysen:
a) frisch. 1811,0 g Ft. neutral.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl	% mittel	Mölverhältnis	
		Filtrat:		
49,0795	0,1157	AgCl		
42,7661	0,1010	AgCl	0,058 Cl	1,0000
59,8156	10,30	HCl		
48,7463	8,40	HCl	0,029 NH_3	1,0461
		Bodenkörper:		
1,0185	0,1008	Fe_2O_3		
	0,0021	AgCl		
0,8743	0,0867	Fe_2O_3	6,93 Fe	1,0000
	0,0019	AgCl	0,052 Cl	0,0119 1,0000
1,2812	0,90	HCl		
1,0241	0,80	HCl	0,13 NH_3	0,0598 5,0216
1,5890	0,0063	CO_2		
1,4086	0,0061	CO_2	0,41 CO_2	0,0760 6,3811
b) nach 3 Tagen.		Filtrat:		
47,4533	0,1122	AgCl		
43,9650	0,1035	AgCl	0,058 Cl	1,0000
52,4288	9,10	HCl		
56,8671	9,75	HCl	0,029 NH_3	1,0480
		Bodenkörper:		
1,0283	0,0995	Fe_2O_3		
0,9743	0,0945	Fe_2O_3	6,77 Fe	1,0000
0,9834	0,0020	AgCl		
1,2142	0,0021	AgCl	0,047 Cl	0,0108 1,0000
2,1409	1,60	HCl		
1,5145	1,10	HCl	0,13 NH_3	0,0634 5,8646

Aus diesen Versuchen läßt sich ersehen, daß sich die Ammongruppe fast genau so verhält, wie die Alkalien: Kalium und Natrium. Der bei 169 Mol aq. entstandene Niederschlag zeigt allerdings einen auffallend geringen Gehalt an NH_3, während bei den Niederschlägen mit Soda und Pottasche in annähernd gleicher Konzentration das Alkali bedeutend stärker vertreten war.

Eingehende Besprechung finden die Ergebnisse dieser Reihe bei den „Resultaten“.

Um festzustellen, ob die schwache und wenig dissoziierte Base NH_3 von besonderem Einfluß ist wurden einige Stichproben mit einer molekularen Ammoniaklösung ausgeführt.

Versuche mit Ammoniak.

Die Eisenchloridlösung wurde nochmals analysiert.

8,7279 g = 0,5054 g Fe_2O_3; 6,6564 g = 0,3874 Fe_2O_3.
= 2,7792 g AgCl; = 2,1224 AgCl.

Mittel: 4,0604 % Fe = 1,0000 Mol.
7,8826 % Cl = 3,0576 Mol.

1375,5 Eisenlösung entsprechen 3170,033 g NH_3-Lösung.

Verdünuung.

$$\text{Faktor für Eisen: } \frac{12{,}1123}{44{,}09272} = 27{,}47\,\%.$$

$$\text{Faktor für } NH_3 = \frac{31{,}98042}{44{,}09272} = 72{,}53\,\%.$$

Mol aq	g aq	aq Fe	aq NH_3
500	45,98	12,62	33,35
1000	136,06	37,37	98,68
10000	1757,05	482,77	1274,7

Nr. 1. Konzentrierte Lösung.

13,75 g $FeCl_3$-Lösung verbrauchten 30,3 u. 30,6 ccm, mittel 30,45 g = 95,84 % der Ammoniaklösung zur Ausfällung. 1 Fe : 4,15 l = 230,52 Mol H_2O.

Gleiche Mengen dienten zum quantitativen Versuch.

Analyse des frischen Niederschlages, 15 Min. alt. 62,2 g Ft., zu 200 g ergänzt:

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
8,9953	0,1517	AgCl			
7,4665	0,1265	AgCl	0,42 Cl	1,0000	
5,7364	5,19	HCl			
7,5468	6,78	HCl	0,15 NH_3	0,7645 (?)	
		Bodenkörper:			
1,6107	0,0929	Fe_2O_3			
1,8196	0,1090	Fe_2O_3	4,08 Fe	1,0000	
1,0253	0,0660	AgCl			
1,2123	0,0791	AgCl	1,61 Cl	0,6220	1,0000
1,4637	6,78	HCl			
1,3216	5,88	HCl	0,77 NH_3	0,6218	0,9997

Nr. 2. V = 500 Mol.

13,75 g $FeCl_3$ Lösung + 12,62 H_2O.
32,53 g*) NH_3 Lösung + 33,35 H_2O = 65,88.
*) Rechenfehler statt 31,76; 32,53 g = 0,5345 NH_3.
Titration: 60,59 und 61,4, mittel 61,0 g = 95,02 %.
1 Fe : 8,47 l = 470,19 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9502 NH_3.

Analyse: a) frisch; 126,9 g Ft. zu 200 g aufgefüllt.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
18,1280	0,3316	AgCl			
12,4281	0,2270	AgCl	0,45 Cl	1,0000	
11,2461	13,66	HCl			
9,4637	11,67	HCl	0,21 NH_3	0,9540	
			Bodenkörper:		
1,2462	0,0698	Fe_2O_3			
1,3759	0,0779	Fe_2O_3	3,94 Fe	1,0000	
1,0734	0,0479	AgCl			
1,3181	0,0595	AgCl	1,11 Cl	0,4440	1,0000
1,1944	3,58	HCl			
1,4937	4,84	HCl	0,53 NH_3	0,4422	0,9959

Nr. 3. V = 1000 Mol.

13,75 g $FeCl_3$ Lösung + 37,37 g H_2O.
32,53 g NH_3 Lösung + 98,68 g H_2O = 131,21 g.
Titration: 121,0 u. 121,8, mittel 121,4 g = 94,95 %.
1 Fe : 16,98 l = 942,83 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9495 NH_3.

Analyse: a) frisch; 199,7 g Ft. zu 200 g aufgefüllt.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis	
			Filtrat:		
10,4274	0,1937	AgCl			
12,6595	0,2371	AgCl	0,46 Cl	1,0000	
8,4999	10,77	HCl			
9,1342	11,67	HCl	0,22 NH_3	0,9777	
			Bodenkörper:		
1,8317	0,0979	Fe_2O_3			
2,1456	0,1167	Fe_2O_3	3,77 Fe	1,0000	
1,0232	0,0333	AgCl			
1,1703	0,0385	AgCl	0,81 Cl	0,3380	1,0000
2,4021	3,89	HCl			
1,3981	2,20	HCl	0,27 NH_3	0,2367	0,7003

Nr. 4. V = 10000 Mol.

13,75 g $FeCl_3$ Lösung + 482,77 g H_2O.
32,53 g NH_3 Lösung + 1274,7 g H_2O = 1307,23 g.
Titration: 1243,3 u. 1247,5, mittel 1245,4 g = 97,76 %.
1 Fe : 173,92 l = 9653,81 Mol H_2O; 1 Cl : 0,9776 NH_3.

Analyse: a) frisch; 1767,8 g Ft.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl	% mittel	Molverhältnis

		Filtrat:			
44,3181	0,1091	AgCl			
49,8233	0,1236	AgCl	0,061 Cl	1,0000	
51,1747	8,88	HCl			
39,2182	6,68	HCl	0,029 NH_3	0,9972	
		Bodenkörper:			
1,4239	0,0988	Fe_2O_3			
1,1753	0,0812	Fe_2O_3	4,84 Fe	1,0000	
1,0245	0,0015	AgCl			
1,2003	0,0019	AgCl	0,038 Cl	0,0122	1,0000
2,1017	1,39	HCl			
1,5421	0,99	HCl	0,11 NH_3	0,0716	6,1313

Wohl ergaben die Titrationswerte einige auffallende Abweichungen von denen der anderen Reagenzien, auch die Zusammensetzung der Niederschläge zeigte im Vergleich mit den Ergebnissen der anderen Versuchsreihen geringe Verschiedenheiten, jedoch keine Sonderstellung des Ammoniaks.

II. Versuche mit Ferrisulfatlösungen.

Der zweite Teil dieser Arbeit galt der Feststellung, ob die auffallenden Titrations- und Absorptionserscheinungen an das Vorhandensein des einwertigen Anions Cl' gebunden sind oder ob eine mehrwertige Säure, z. B. das zweiwertige Anion SO_4'' in Verbindung mit dem Ferriion die gleichen oder abweichende Resultate liefert.

Den nachfolgenden Versuchsreihen lag zugrunde eine etwa einhalb molekulare Lösung von Ferrisulfat.

Es wurde eine Versuchsreihe mit Natronlauge und eine mit Ammoniak durchgeführt.

Zur Darstellung der Ausgangslösung wurden 135 g Ferrisulfat zu 1 l gelöst.

7,9243 g = 0,3032 g Fe_2O_3;	10,5036 g = 0,4030 Fe_2O_3.	
= 2,0454 g $BaSO_4$;	= 2,7171 $BaSO_4$.	
9,5384 g = 0,3654 g Fe_2O_3;	Mittel:	2,6798% Fe; 10,6360% SO_4.
= 2,4660 g $BaSO_4$;		= 1 Fe : 2,3073 Mol SO_4.

Natronlauge.

Der Gehalt an Na wurde durch Titration mit $^1/_{10}$ n HCl bestimmt. Indikator Methylorange.

6,7238 g = 108,9 ccm 0,1 HCl.	Mittel: 3,7179% Na.
9,0302 g = 145,3 ccm 0,1 HCl.	
7,2308 g = 117,2 ccm 0,1 HCl.	

In 100 g NaOH = 3,7171 g Na; 618,77 g = 1 Mol Na.

1 Mol Fe berechnet auf 3 Mol Natronlauge oder 2084,1 g Eisenlösung = 1856,31 g NaOH.

Verdünnung.

$$\text{Faktor für Eisen} = \frac{18{,}0659}{35{,}42876} = 50{,}992\,\%.$$

$$\text{Faktor für Natronlauge} = \frac{17{,}36286}{35{,}42876} = 49{,}009\,\%.$$

Mol aq	g aq	aq Fe	aq NaOH.
250	9,611	4,901	4,71
500	54,651	27,87	26,78
750	99,69	50,84	84,86
1000	144,73	73,8	70,93

Die Versuche von 1500 bis 10000 Mol wurden nach folgender Berechnung ausgeführt:

1 Mol Fe = 2084,1 g Lösung.
3 Mol NaOH = 1856,31 g.

Dem Schwefelsäureüberschuß in 2084,1 g Eisenlösung (= 77,555 g SO_4) entsprechen 37,136 g Na oder 999,59 g NaOH-Lösung.

2084,1 g E.Lsg. = 1856,31 g NaOHLg. +
999,5 g NaOHLg. = 2855,36 g NaOH.

Verdünnung.

$$\text{Faktor für Eisen} = \frac{18{,}0650}{45{,}5582} = 39{,}655\,\%.$$

$$\text{Faktor f. Natronlauge} = \frac{27{,}4923}{45{,}5282} = 60{,}344\,\%.$$

Mol aq	g aq	aq Fe	aq NaOH.
1500	224,7	89,09	135,6
2000	314,8	124,8	190,0
5000	855,2	339,1	516,1
10000	1756,0	696,3	1059,7

Nr. 1. Versuch mit konzentrierter Lösung.

20,8 g Eisenlösung wurden mit obiger Natronlauge titriert. Jeder Tropfen der Lauge verursachte einen hellbraunen Niederschlag, der sich zu Beginn der Reaktion rasch, später immer langsamer löste. Die anfangs schwach grüne Lösung färbte

sich bei Zugabe der Lauge braunrot. Auf Zugabe von 25 ccm NaOH gleich 26,9 g entstand ein bleibender hellbrauner Eisenniederschlag. Zugabe = 94,4 %.

1 Fe : 3,32 l = 295,34 Mol Wasser; 1 SO_4 : 1,8878 Na.

Analysen: a) frisch; 43,7 g Ft. wasserhell, neutral.

angewandt g	gefunden g		% mittel		Molverhältnis	
			Filtrat:			
5,2918	0,5120	$BaSO_4$				
5,0837	0,4926	$BaSO_4$	3,98	SO_4	1,0000	
4,6632	0,2764	Na_2SO_4				
5,9967	0,3548	Na_2SO_4	1,92	Na	2,0099	
			Bodenkörper:			
1,7057	0,1374	Fe_2O_3				
	0,0973	Na_2SO_4				
1,5456	0,1250	Fe_2O_3	5,65	Fe	1,0000	
	0,0887	Na_2SO_4	1,85	Na	0,7968	2,0202
1,4117	0,1641	$BaSO_4$				
1,0872	0,1273	$BaSO_4$	4,80	SO_4	0,3944	1,0000
b) nach 3 Tagen.			Filtrat:			
5,0210	0,4911	$BaSO_4$				
6,1153	0,5991	$BaSO_4$	4,03	SO_4	1,0000	
3,7815	0,2253	$NaSO_4$				
5,2180	0,3114	$NaSO_4$	1,93	Na	2,0018	
			Bodenkörper:			
1,3933	0,0994	Fe_2O_3				
	0,0769	Na_2SO_4				
1,4849	0,1064	Fe_2O_3	5,00	Fe	1,0000	
	0,0816	Na_2SO_4	1,78	Na	0,8659	1,6631
1,4580	0,1683	$BaSO_4$				
1,5212	0,1657	$BaSO_4$	4,48	SO_4	0,5206	1,0000

Nr. 2. V = 500 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 27,8 g H_2O.

18,56 g NaOH Lösung + 45,34 g H_2O = 0,6900 Na*).

* Durch einen Irrtum wurde bei den ersten Versuchen 18,56 g Lauge, statt 28,56 g mit 1,0614 Na genommen.

Titration: 61,25 u. 61,35, mittel 61,30 g = 0,9329 Na = 87,90 %.

1 Fe : 10,55 l = 585,60 Mol H_2O; 1 SO_4 : 1,7580 Na.

Analysen: a) frisch; 116 g Ft. neutral, wasserhell.

angewandt g	gefunden g		% mittel		Molverhältnis	
			Filtrat:			
9,7190	0,4268	$BaSO_4$				
14,8357	0,6530	$BaSO_4$	1,81	SO_4	1,0000	
13,3124	0,3548	Na_2SO_4				
14,4326	0,3842	Na_2SO_4	0,86	Na	1,9910	
			Bodenkörper:			
2,1391	0,1435	Fe_2O_3				
	0,0659	Na_2SO_4				
1,8321	0,1241	Fe_2O_3	4,71	Fe	1,0000	
	0,0605	Na_2SO_4	1,03	Na	0,5322	1,2644
1,1659	0,0960	$BaSO_4$				
1,8119	0,1514	$BaSO_4$	3,41	SO_4	0,4209	1,0000

b) nach 3 Tagen.		Filtrat:			
9,4382	0,3943	$BaSO_4$			
9,9918	0,4190	$BaSO_4$	1,72 SO_4	1,0000	
10,9845	0,2886	$NaSO_4$			
11,7312	0,3070	$NaSO_4$	0,85 Na	2,0588	
		Bodenkörper:			
1,9874	0,1468	Fe_2O_3			
	0,0702	Na_2SO_4			
2,0192	0,1498	Fe_2O_3	5,18 Fe	1,0000	
	0,0722	Na_2SO_4	1,15 Na	0,5397	1,2670
1,2581	0,1162	$BaSO_4$			
1,1620	0,1069	$BaSO_4$	3,79 SO_4	0,4259	1,0000

Nr. 3. V = 1000 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 73,8 g H_2O.
18,56 g NaOH Lösung + 70,93 g H_2O.
Titration: 123,2 u. 123,3, mittel 123,25 g = 0,9504 g Na = 89,54 %.
1 Fe : 21,34 l = 1184,62 Mol H_2O; 1 SO_4 : 1,7908 Na.

Analysen: a) frisch; 234,1 g Ft. 20 Min. alt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
17,4846	0,3917	$BaSO_4$			
11,7438	0,2643	$BaSO_4$	0,92 SO_4	1,0000	
18,2846	0,2441	$NaSO_4$			
15,4312	0,2070	$NaSO_4$	0,43 Na	1,9585	
		Bodenkörper;			
1,8601	0,2150	Fe_2O_3			
	0,0354	Na_2SO_4			
0,8166	0,0936	Fe_2O_3	8,05 Fe	1,0000	
	0,0206	Na_2SO_4	0,72 Na	0,2161	0,7931
1,4068	0,1282	$BaSO_4$			
1,0483	0,0967	$BaSO_4$	3,77 SO_4	0,2724	1,0000
b) nach 3 Tagen.		Filtrat:			
12,9061	0,2701	$BaSO_4$			
13,5080	0,2840	$BaSO_4$	0,86 SO_4	1,0000	
19,7351	0,2520	Na_2SO_4			
17,6147	0,2241	Na_2SO_4	0,41 Na	1,9969	
		Bodenkörper:			
2,2958	0,2129	Fe_2O_3			
	0,0626	Na_2SO_4			
1,4380	0,1342	Fe_2O_3	6,51 Fe	1,0000	
	0,0408	Na_2SO_4	0,90 Na	0,2704	1,2476
2,1714	0,1590	$BaSO_4$			
1,2984	0,0959	$BaSO_4$	3,03 SO_4	0,3373	1,0000

Nr. 4. V = 1500 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 89,09 g H_2O.
28,55 g NaOH Lösung + 135,6 g H_2O = 164,15 g.
Titration: 142,2 u. 143,8 ccm; mittel 145,3 g = 88,52 %.
1 Fe : 25,08 l = 1391,98 Mol H_2O.

Nr. 5. V = 2000 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 124,8 g H_2O.
28,55 g NaOH Lösung + 190,0 g H_2O = 218,55 g.
Titration: 195,0 u. 195,0 ccm = 196,2 g = 89,77 %.
1 Fe : 33,74 l = 1872,59 Mol H_2O.
Analysen: a) frisch; 352,7 g Ft. neutral.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
22,3082	0,3202	$BaSO_4$			
12,5315	0,1810	$BaSO_4$	0,593 SO_4	1,0000	
18,6844	0,1610	Na_2SO_4			
15,7339	0,1364	Na_2SO_4	0,28 Na	1,9726	
		Bodenkörper:			
1,9837	0,2212	Fe_2O_3			
	0,0276	Na_2SO_4			
0,9232	0,1041	Fe_2O_3	7,82 Fe	1,0000	
	0,0137	Na_2SO_4	0,46 Na	0,1441	0,6159
2,0771	0,1585	$BaSO_4$			
1,0220	0,0788	$BaSO_4$	3,15 SO_4	0,2340	1,0000
b) nach 3 Tagen.		Filtrat:			
15,5054	0,2254	$BaSO_4$			
12,4164	0,1802	$BaSO_4$	0,598 SO_4	1,0000	
16,0518	0,1515	Na_2SO_4			
14,8643	0,1393	Na_2SO_4	0,30 Na	2,1278	
		Bodenkörper:			
2,1884	0,1298	Fe_2O_3			
	0,0160	Na_2SO_4			
2,4572	0,1443	Fe_2O_3	4,13 Fe	1,0000	
	0,0186	Na_2SO_4	0,24 Na	0,1417	0,5427
2,8515	0,1285	$BaSO_4$			
2,2221	0,1001	$BaSO_4$	1,85 SO_4	0,2611	1,0000

Nr. 6. V = 5000 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 339,1 g H_2O.
28,55 g NaOH Lösung + 516,0 g H_2O = 544,55 g.
Titration: 507,8 u. 507,0 g; mittel 507,4 g = 93,18 %.
1 Fe : 86,28 l = 4789,10 Mol H_2O.
Analysen: a) frisch; 892,2 g Ft. neutral.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
12,3611	0,0662	$BaSO_4$			
12,2449	0,0656	$BaSO_4$	0,22 SO_4	1,0000	
16,9866	0,0561	Na_2SO_4			
18,9042	0,0634	Na_2SO_4	0,11 Na	2,0419	
		Bodenkörper:			
1,5148	0,1112	Fe_2O_3			
	0,0136	Na_2SO_4			
1,7399	0,1307	Fe_2O_3	5,19 Fe	1,0000	
	0,0137	Na_2SO_4	0,27 Na	0,1275	0,5232
1,5605	0,0825	$BaSO_4$			
1,2646	0,0670	$BaSO_4$	2,18 SO_4	0,2437	1,0000

b) nach 3 Tagen. Filtrat:

12,0671	0,0663	$BaSO_4$			
14,8500	0,0812	$BaSO_4$	2,22 SO_4	1,0000	
19,4381	0,0671	Na_2SO_4			
17,7848	0,0593	Na_2SO_4	0,11 Na	2,0344	
		Bodenkörper:			
2,6400	0,2040	Fe_2O_3			
	0,0163	Na_2SO_4			
1,1071	0,0849	Fe_2O_3	5,38 Fe	1,0000	
	0,0071	Na_2SO_4	0,20 Na	0,0919	0,3587
1,8589	0,1069	$BaSO_4$			
1,6227	0,0938	$BaSO_4$	2,37 SO_4	0,2562	1,0000

Versuche mit Ammoniak.

Zunächst wurde eine annähernd molekulare NH_3-Lösung hergestellt. Der Gehalt an NH_3 wurde durch Titration mit $^1/_{10}$ n HCl ermittelt.

8,0652 g = 77,3 ccm HCl (0,0035189). Mittel: 100 g = 964,548 ccm
6,3050 g = 60,35 ccm HCl. = 1,6403 % NH_3.
7,1072 g = 68,0 ccm HCl.

2084,1 g Eisenlösung entsprechen 4784,21 g NH_3-Lösung.

Verdünnungen.

$$\text{Faktor für Eisen: } \frac{18{,}0659}{65{,}12197} = 27{,}742\,\%.$$

$$\text{Faktor für } NH_3 = \frac{47{,}05607}{65{,}12197} = 72{,}26\,\%.$$

Mol aq	g aq	aq Eisen	aq NH_3
500	24,96	6,9236	18,034
1000	115,04	31,913	83,124
2000	295,2	81,89	213,305
5000	835,66	231,83	603,85
10000	1736,45	481,72	1254,8

Nr. 1. Konzentrierte Lösung.

20,8 g der Ferrilösung wurden von 44,3 u. 43,7 ccm, mittel = 43,3 g gefällt, was 90,50 % der äquivalenten Menge entspricht. 1 Fe : 5,99 l = 332,27 Mol H_2O; 1 SO_4 : 1,8100 NH_3.

Analysen: a) frisch; 79,8 g Ft. 12 Min. alt.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel	Molverhältnis
		Filtrat:		
6,5118	0,3616	$BaSO_4$		
5,0636	0,2790	$BaSO_4$	2,28 SO_4	1,0000
5,8269	26,84	HCl		
8,9058	41,00	HCl	0,78 NH_3	1,9432

Bodenkörper:

1,6174	0,1752	Fe_2O_3				
	0,2106	$BaSO_4$				
1,3857	0,1480	Fe_2O_3	7,52	Fe	1,0000	1,0000
	0,1789	$BaSO_4$	5,33	SO_4	0,4123	
1,2467	6,81	HCl				
1,8795	10,37	HCl	0,93	NH_3	0,4075	0,9884

b) nach 3 Tagen. Filtrat: 80,9 g.

5,6438	0,2895	$BaSO_4$				
4,9261	0,2530	$BaSO_4$	2,11	SO_4	1,0000	
6,1397	28,22	HCl				
5,4335	24,83	HCl	0,78	NH_3	2,0844	

Bodenkörper:

1,8046	0,1505	Fe_2O_3				
	0,1764	$BaSO_4$				
1,0037	0,0833	Fe_2O_3	5,82	Fe	1,0000	
	0,0977	$BaSO_4$	4,01	SO_4	0,4010	1,0000
1,4484	5,93	HCl				
1,3255	5,89	HCl	0,73	NH_3	0,4097	1,0216

Nr. 2. V = 1000 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 31,9 g H_2O.
47,84 g NH_3 Lösung + 83,12 g H_2O = 130,96 g.
Titration: 119,9 u. 120,1 ccm; mittel: 119,65 g = 91,36 %.
1 Fe : 16,81 l = 933,04 Mol H_2O; 1 SO_4 : 0,9136 NH_3.
Analysen: a) frisch; 187,6 g Ft.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel		Molverhältnis	
		Filtrat:				
8,6182	0,2158	$BaSO_4$				
8,4205	0,2127	$BaSO_4$	1,03	SO_4	1,0000	
17,9709	38,48	HCl				
26,3998	55,73	HCl	0,36	NH_3	1,9734	
		Bodenkörper:				
1,9092	0,2176	Fe_2O_3				
	0,1904	$BaSO_4$				
1,6457	0,1861	Fe_2O_3	7,94	Fe	1,0000	
	0,1653	$BaSO_4$	4,12	SO_4	0,3015	1,0000
1,1830	2,43	HCl				
1,1221	2,50	HCl	0,36	NH_3	0,1506	0,4994

b) nach 3 Tagen. Filtrat: 194,7 g, zu 200 g aufgefüllt.

28.2671	0,6401	$BaSO_4$				
16,7488	0,3803	$BaSO_4$	0,93	SO_4	1,0000	
19,4331	37,91	HCl				
21,5625	41,90	HCl	0,33	NH_3	2,0044	

Bodenkörper:

2,6439	0,1571	Fe_2O_2				
	0,1625	$BaSO_4$				
1,8066	0,1060	Fe_2O_3	4,13	Fe	1,0000	
	0,1099	$BaSO_4$	2,52	SO_4	0,3542	1,0000
1,0582	2,34	HCl				
1,3471	3,09	HCl	0,38	NH_3	0,3046	0,8599

Nr. 3. V = 2000 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 81,89 g H_2O.
47,84 g Ferrilösung + 231,31 g H_2O = 261,15 g.
Titration: 243,1 u. 244,3, mittel 243,7 g = 93,32 %.
1 Fe : 34,21 l = 1898,89 Mol H_2O; 1 SO_4 : 1,8664 NH_3.
Analysen: a) frisch; 372,4 g Ft.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel		Molverhältnis	
			Filtrat:			
14,1339	0,1805	$BaSO_4$				
15,3573	0,1973	$BaSO_4$	0,53	SO_4	1,0000	
8,9426	9,77	HCl				
9,8655	10,57	HCl	0,18	NH_3	1,9718	
			Bodenkörper:			
1,3213	0,1305	Fe_2O_3				
	0,1030	$BaSO_4$				
1,2128	0,1515	Fe_2O_3	6,96	Fe	1,0000	
	0,0952	$BaSO_4$	3,22	SO_4	0,2690	1,0000
1,4169	1,89	HCl				
1,2456	1,59	HCl	0,22	NH_3	0,1048	0,3895
b) nach 3 Tagen.			Filtrat: 376,8 g.			
12,1981	0,1607	$BaSO_4$				
11,2089	0,1492	$BaSO_4$	0,54	SO_4	1,0000	
10,0631	10,87	HCl				
8,1172	9,58	HCl	0,19	NH_3	1,9923	
			Bodenkörper:			
1,2837	0,1291	Fe_2O_3				
	0,1091	$BaSO_4$				
1,0529	0,1070	Fe_2O_3	7,07	Fe	1,0000	
	0,0821	$BaSO_4$	3,24	SO_4	0,2662	1,0000
1,3754	1,69	HCl				
1,2058	1,49	HCl	0,22	NH_3	0,1019	0,3828

Nr. 4. V = 5000 Mol.

20,8 g Ferrilösung + 231,83 g H_2O.
47,8 g NH_3 Lösung + 603,95 g H_2O = 651,69 g.
Titration: 553,0 u. 553,4 g; mittel 553,2 g = 84,88 %.
1 Fe : 80,17 l = 4449,83 Mol H_2O.
Analysen: a) frisch; 843,5 g Ft.

angewandt g	gefunden g bezw. ccm HCl		% mittel		Molverhältnis	
			Filtrat:			
31,0361	0,1719	$BaSO_4$				
30,4216	0,1718	$BaSO_4$	0,23	SO_4	1,0000	
19,9342	8,48	HCl				
20,9748	9,13	HCl	0,073	NH_3	1,7961	
			Bodenkörper:			
1,5358	0,1365	Fe_2O_3				
	0,0984	$BaSO_3$				
1,9803	0,1815	Fe_2O_3	6,31	Fe	1,0000	
	0,1299	$BaSO_3$	2,67	SO_4	0,2457	1,0000
1,0783	0,84	HCl				
1,2493	1,05	HCl	0,14	NH_3	0,0716	0,2916

b) nach 3 Tagen. Filtrat: 849,2 g.

30,5985	0,1740	$BaSO_4$			
26,9413	0,1541	$BaSO_4$	0,23 SO_4	1,0000	
27,2971	11,87	HCl			
33,4375	14,63	HCl	0,074 NH_3	1,7853	
		Bodenkörper:			
2,4594	0,1504	Fe_2O_3			
	0,1048	$BaSO_4$			
2,7301	0,1651	Fe_2O_3	4,25 Fe	1,0000	
	0,1150	$BaSO_4$	1,74 SO_4	0,2383	1,0000
1,3699	1,30	HCl			
1,6348	1,40	HCl	0,15 NH_3	0,1185	0,4974

Nr. 5. V = 10000 Mol.

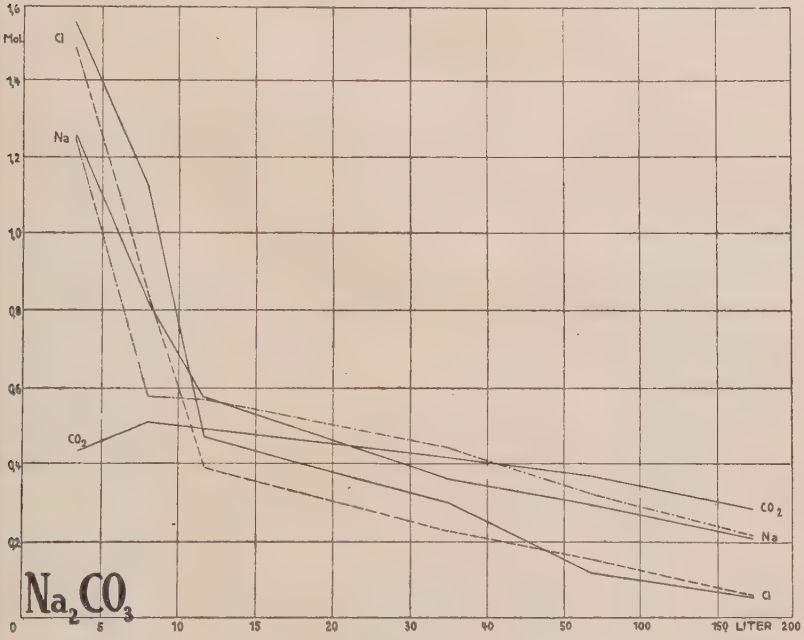
20,8 g Ferrilösung + 481,7 g H_2O.
47,84 g NH_3 Lösung + 1254,8 g H_2O = 1302,64 g.
Titration: 1057,4 u. 1060,2 g; mittel 1058,8 g = 81,28 %.
1 Fe : 155,72 l = 8643,48 Mol H_2O.
Analysen: a) frisch; 1592,3 g Ft. zu 1600 g aufgefüllt.

angewandt g	gefunden g		% mittel	Molverhältnis	
		Filtrat:			
61,2561	0,1848	$BaSO_4$			
52,7698	0,1601	$BaSO_4$	0,12 SO_4	1,0000	
49,7545	11,02	HCl			
57,5542	12,57	HCl	0,038 NH_3	1,6970	
		Bodenkörper:			
1,3439	0,1347	Fe_2O_3			
	0,1110	$BaSO_4$			
1,8563	0,1864	Fe_2O_3	7,02 Fe	1,0000	
	0,1551	$BaSO_4$	3,42 SO_4	0,2832	1,0000
1,2362	1,20	HCl			
1,2933	1,30	HCl	0,17 NH_3	0,0786	0,2746
b) nach 3 Tagen.		Filtrat: 1598,6 g zu 1600 g ergänzt.			
55,7485	0,1663	$BaSO_4$			
58,9071	0,1775	$BaSO_4$	0,12 SO_4	1,0000	
56,9562	12,61	HCl			
50,0589	10,87	HCl	0,037 NH_3	1,7073	
		Bodenkörper:			
1,3971	0,1392	Fe_2O_3			
	0,1182	$BaSO_4$			
1,4533	0,1470	Fe_2O_3	7,02 Fe	1,0000	
	0,1241	$BaSO_4$	3,50 SO_4	0,2896	1,0000
1,5427	2,00	HCl			
1,2712	1,70	HCl	0,22 NH_3	0,1048	0,3618

Resultate.

Um die Vorgänge, die sich bei der Umsetzung von Ferrichloridlösungen mit Alkalilaugen und Karbonaten abspielen, besser zur Anschauung zu bringen, wurden die Ergebnisse der

Analysen in Form von Kurven aufgezeichnet. Die Molekularverhältnisse der einzelnen Komponenten, bezogen auf ein Mol Eisen, wurden auf der Ordinatenachse, die Verdünnung in Litern H_2O auf 1 Mol $FeCl_3$ auf der Abszissenachse aufgetragen. Um die Länge des Kurvenbildes zu beschränken, bedeutet von 1—20 l H_2O: 1 mm je 0,5 l, von 20—50 l je 1 l, darüber hinaus je 10 l H_2O. Die Werte von Chlor, Alkali, sowie Kohlensäure



Figur 1.

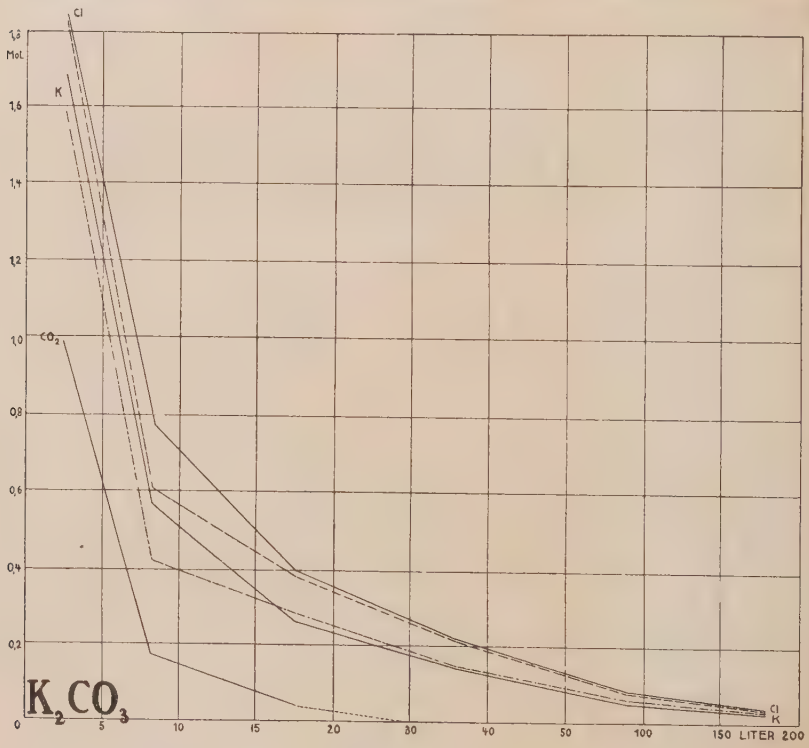
in den frischen Niederschlägen sind durch ausgezogene, die nach 3 Tage gefundenen durch gestrichelte Linien bezeichnet.

Wie aus den Kurven für Natriumkarbonat (Fig. 1) ersichtlich ist, liegt bei der Verdünnung 191,79 Mol = 3,16 l H_2O der Chlorgehalt des Bodenkörpers weit über 1,0 Mol; bei der Pottasche liegt er in der analogen Konzentration fast bei 2 Mol.

Die stark abfallende Cl-Kurve läßt erkennen, daß bei zunehmender Verdünnung das Chlor an der Bodenkörperzusammensetzung immer weniger teilnimmt. Bei etwa 5000 Mol = ca. 90 l haben wir noch einen geringen Gehalt an Chlor, der mit

steigender Verdünnung zwar abnimmt, jedoch nicht völlig verschwindet.

Der Gehalt an Alkali ist von Anfang an geringer, als der des Chlors. Im weiteren Verlaufe zeigt sich ein Unterschied zwischen Soda und Pottasche (Fig. 2); bei Soda fallen beide Kurven langsamer ab als bei Pottasche, so daß bei Verdünnung 1000 Mol = ca. 18 l noch erhebliche Mengen an Chlor und Alkali



Figur 2.

vorhanden sind. Bei Pottasche fallen die Kurven Chlor und Kalium gleichmäßig, Chlor bleibt aber stets ein wenig höher als Kalium. Die Natriumkurve fällt jedoch weniger als die von Chlor, so daß bei Verdünnung über 800—900 Mol = ca. 12—15 l H_2O die Natriumkurve über der von Chlor liegt, d. h. der Bodenkörper schließt noch beträchtliche Mengen an Natrium ein. Die Kohlensäure findet sich nur bei den frischen Präzipitaten, aber auch da nur in geringem Maße.

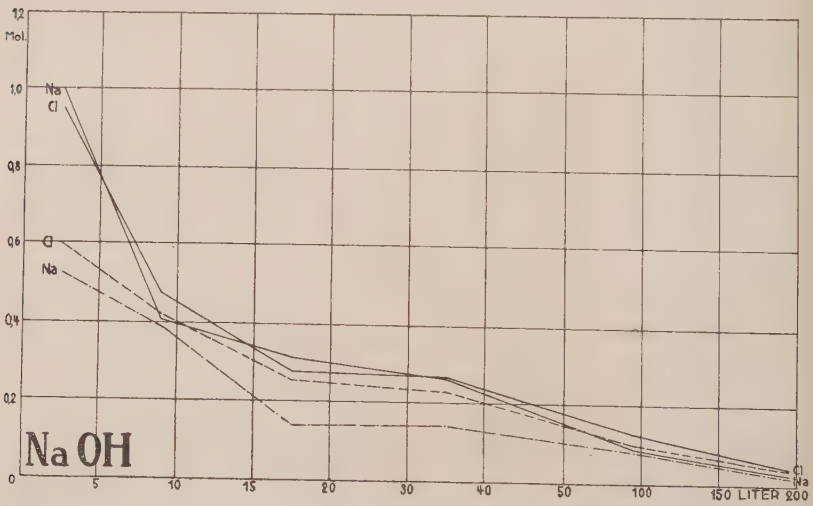
Bei Soda steigt bis zur Verdünnung ca. 500 Mol = 8—9 l H_2O der Kohlensäuregehalt des Bodenkörpers nur sehr wenig, und fällt von da ab langsam.

Betrachtet man die Zusammensetzung des Bodenkörpers, wie er bei der Umsetzung einer $FeCl_3$- mit einer Sodalösung in sehr großer Verdünnung entsteht nach dem Stand der Kurven bei Verdünnung 10000 Mol = ca. 180 l H_2O, so ist zu ersehen, daß er nicht nur aus Eisen- und Hydroxylgruppen besteht, sondern noch 0,05—0,06 Mol Chlor und 0,2—0,3 Mol Natrium enthält.

Interessante Ergebnisse liefern uns die Kurven, welche für die Werte nach 3 Tagen gelten. Der große Unterschied bei der Verdünnung 462,76 Mol = 8,3 l H_2O nach 3 Tagen zeigt, daß ein großer Teil des Alkalis aus dem Bodenkörper heraus diffundiert ist. Von Verdünnung 462,76—938,0 Mol = 8,3—16,9 l H_2O gehen nur zunehmend geringere Mengen Alkali aus dem Niederschlag in das Filtrat über. Der Schnitt bei Verdünnung ca. 1000 Mol = ca. 17 l H_2O zeigt an, daß bei erhöhtem Wasserzusatz vom Bodenkörper sogar Alkali aus dem Filtrat aufgenommen wird. Je größer die Wassermengen sind, um so geringer sind die jeweiligen Unterschiede zwischen den frischen und alten Niederschlägen.

Ein ähnliches Verhalten zeigt uns auch die Kurve für Cl nach 3 Tagen, welche die Cl-Kurve der frischen Bodenkörper bei ca. 4000 Mol = ca. 50 l H_2O schneidet. Von hier an wird also auch Chlor aus der Lösung aufgenommen. Bei Verdünnung 10000 Mol = ca. 180 l H_2O bleibt der Natriumgehalt beider Niederschläge konstant, auch die Chlorkurven streben einem gemeinsamen Endpunkte zu. Die Zusammensetzung des bei der Verdünnung 112,291 Mol = 2 l H_2O mit Pottasche entstandenen Bodenkörpers wird durch die Anfangspunkte der Kurven K, Cl und CO_2 dargestellt. Der Gehalt an Alkali und Chlor ist sehr hoch, auf 1 Mol Eisen treffen fast 2 Mol K und Cl, dagegen nur 1 Mol CO_2. Mit zunehmenden Wassermengen nimmt das Chlor und Kalium fast gleichmäßig ab, verschwindet aber wie bei Soda nicht völlig aus dem Bodenkörper. Eigenartiges Verhalten zeigt die Kohlensäure, deren Kurve bis etwa 500 Mol = ca. 9 l H_2O sehr stark abfällt. Bei etwa 974 Mol = ca. 18 l H_2O verschwindet sie völlig aus dem Niederschlag, um im Bodenkörper

bei 1000 Mol wieder aufzutreten. Die Veränderung des Bodenkörpers, die er nach 3tägigem Stehen erleidet, zeigen die entsprechenden Kurven für Cl und K; bis zu einer Verdünnung von etwa 1500 Mol = ca. 27 l H_2O diffundieren geringe Mengen Chlor aus dem Bodenkörper in das Filtrat, dann schneiden sich die Kurven; von ca. 2000 Mol = ca. 36 l H_2O ab erleidet der Niederschlag fast keine Veränderung mehr; bis 487 Mol = 9 l H_2O diffundieren ziemliche Mengen Alkali aus dem Bodenkörper in das Filtrat, bei 974,65 Mol = 17 l H_2O dagegen scheint dasselbe wie bei Soda der Fall zu sein. Es diffundieren um-



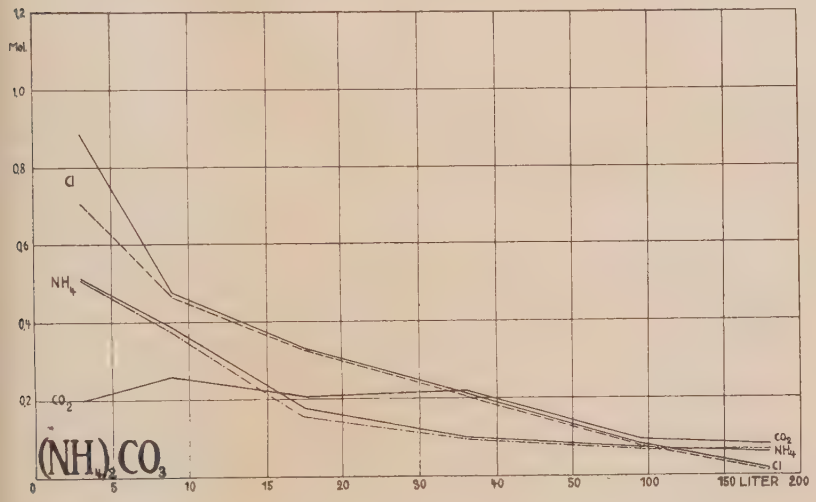
Figur 3.

gekehrt geringe Mengen Alkali aus dem Filtrat in den Niederschlag. Bei weiterem Wasserzusatz sind keinerlei Veränderungen mehr zu konstatieren. Soda- und Pottaschekurven miteinander verglichen zeigen, daß beidemale der Bodenkörper auch in größter Verdünnung fast gleiche Mengen Chlor enthält, daß aber die stärkere Base Kalium vom Eisenniederschlag in geringerem Maße aufgenommen wird wie die schwächere Natrium. Die beiden Versuche, sowie auch der mit Ammoniumkarbonat haben ergeben, daß durch längeres Stehen des Niederschlages die Kohlensäure bis auf ganz geringe Mengen entweicht.

Der mit Natronlauge (Fig. 3) bei Verdünnung 156 Mol = 2,8 l H_2O entstandene Niederschlag enthält im Vergleich mit dem durch

Soda und Pottasche bedeutend weniger Na und Cl; bemerkenswert erscheint jedoch, daß der Gehalt an Na größer ist als der an Chlor, während bei den anderen Versuchen in etwa gleicher Verdünnung immer der Chlorgehalt höher war als der des Alkalis. Bei Verdünnung ca. 320 Mol = ca. 6 l H_2O ist der Chlorgehalt gleich dem des Natriums.

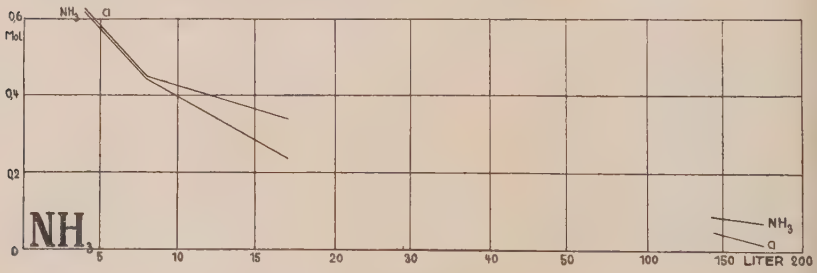
Ein zweimaliger Schnitt der Chlor- und Na-Kurven zeigt an, daß bald das Chor, bald das Na in größerem Maße an der Niederschlagsbildung beteiligt ist. Von Verdünnung 2000 Mol = ca. 36 l an übersteigen die Mengen Chlor das Alkali bis



Figur 4.

Verdünnung ca. 60 l, dann überwiegt bei weiterer Verdünnung das Chlor, wenn auch nur um geringen Betrag; der Einfluß der Zeit ist ebenfalls durch die Kurven ausgedrückt; während bei Verdünnung 156 Mol = 2,8 l H_2O bedeutende Mengen Alkali und Chlor aus dem Niederschlag herausdiffundieren, zeigt das Zusammenfallen der Na-Kurve bei etwa 5000 Mol = 90 l H_2O an, daß der Gehalt des Bodenkörpers an Natrium konstant ist, bei weiterer Verdünnung dagegen diffundieren wieder geringe Mengen Alkali in das Filtrat Die Chlorkurven laufen von 500 Mol = 9 l H_2O an nahezu parallel, d. h. es diffundieren immer geringe Mengen Chlor aus dem Niederschlag in das Filtrat.

Auch der mit Ammoniumkarbonat (Fig. 4) bei Verdünnung 169,18 Mol = 3 l H_2O entstandene Niederschlag enthält weniger Cl und Alkali, hier NH_3, als der bei gleicher Verdünnung mit Pottasche oder Soda erhaltene. Der Gehalt an Chlor ist bis etwa 7000 Mol = ca. 130 l H_2O größer als der an NH_3, während von da an mehr NH_3 als Cl an der Zusammensetzung des Niederschlages beteiligt ist. Der Bodenkörper enthält von Verdünnung 169 bis etwa 4000 Mol = 3—100 l 0,2—0,3 Mol CO_2; bei weiterer Verdünnung nimmt der Gehalt stetig ab. Die Kurven für NH_3 und Cl „nach 3 Tagen" laufen mit den „frischen" nahezu parallel oder fallen mit ihnen zusammen, d. h. der Einfluß der Zeit und der Wassermengen auf die Zusammensetzung des Niederschlages ist nur gering.



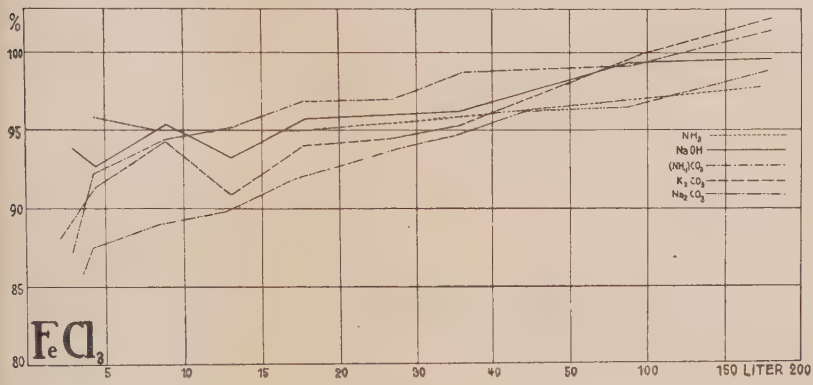
Figur 5.

Da mit Ammoniak nur einige Versuche ausgeführt wurden, so ist auch das Kurvenbild (Fig. 5) ziemlich unvollkommen. Doch läßt sich aus dem Verlauf der Kurve schließen, daß Ammoniak die Ausfällung und Zusammensetzung des Bodenkörpers nicht wesentlich beeinträchtigt. Der bei 233,7 Mol = 4,2 l H_2O entstandene Niederschlag enthält nur 0,62 Mol Chlor, während der Chlorwert der in etwa gleicher Konzentration entstandene Bodenkörper bei sämtlichen anderen Versuchsreihen bei etwa 0,9 Mol, also 0,3 Mol höher lag. Die Chlorkurve fällt mit zunehmenden Wassermengen, und der bei 9657 Mol = 174 l H_2O entstandene Niederschlag enthält nur noch 0,01 Mol Cl. Bemerkenswert erscheint, daß die Werte von Cl und NH_3 in dem bei 233,7 Mol = 4,2 l H_2O entstandenen Bodenkörper gleich sind; auch nimmt der Wert von NH_3 bis 473 Mol = 8,5 l H_2O um fast den gleichen Betrag wie der von Cl ab, so daß sich die beiden Kurven fast decken; während bis etwa 20 l H_2O die Cl-Kurve

höher wie die NH_3-Kurve liegt, ist bei starker Verdünnung das Umgekehrte der Fall.

Die fünf Versuchsreihen zeigen, daß bei der Fällung einer $FeCl_3$-Lösung mit Alkalilauge oder Alkalikarbonat nicht $Fe(OH)_3$ entsteht, sondern daß sich, der Verdünnung entsprechend, wechselnde Mengen Chlor, Alkali und CO_2 an der Niederschlagsbildung beteiligen.

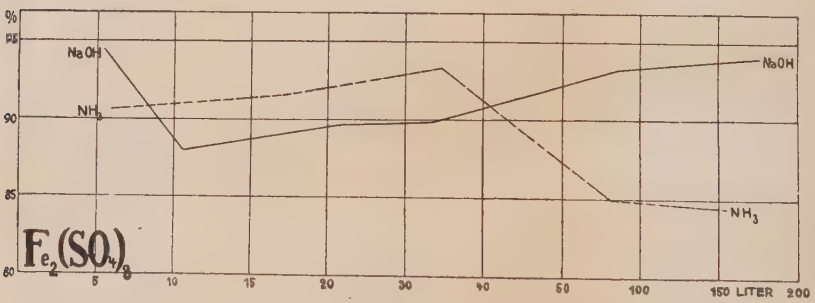
Selbst bei den größten angewandten Verdünnungen von 10000 Mol H_2O enthält der Bodenkörper noch geringe Mengen Alkali, Chlor, sowie CO_2; während Chlor, sowie Alkali meistens aus dem Bodenkörper in das Filtrat diffundieren, kann der Niederschlag auch Chlor und Alkali aus dem Filtrat aufnehmen.



Figur 6.

Ähnlich wie die jeweilige Zusammensetzung der Niederschläge durch ein Kurvenbild gezeichnet wurden, konnten auch die Ergebnisse der Titrationsversuche graphisch dargestellt werden (Fig. 6). Nachdem in Vorversuchen mit verdünnten Lösungen festgestellt war, daß die Mengen Lauge, die nötig sind, um in einer Lösung von $FeCl_3$ einen dauernden Niederschlag zu erzeugen, verschieden und von der jeweiligen Konzentration abhängig waren, wurden bei den konzentrierten Lösungen durch berechneten Wasserzusatz eine gewünschte Konzentration der Eisenlösung hergestellt; diese Eisenlösung wurde dann mit einer ebenfalls verdünnten Laugenlösung titriert. Der graphischen Darstellung wurde folgender Maßstab zugrunde gelegt. Auf der Abszissenachse wurde die Verdünnung in

Litern in derselben Weise, wie bei den eben besprochenen Kurven, abgetragen. Auf der Ordinatenachse wurde die zur Titration zugesetzte Menge Lauge in % der äquivalenten Menge ausgedrückt aufgetragen; da alle Werte über 80 % liegen, konnte 80 als Schnittpunkt des Systems angenommen werden. Die Kurve für Soda steigt bis etwa 1 Mol Fe: 34 l H_2O ziemlich rasch an; man ersieht daraus, daß mit zunehmenden Wassermengen auch die zuzusetzenden Sodamengen größer werden. Die Kurve steigt von hier ab langsam aber stetig und erreicht in 1 Mol Fe 178,68 l aq = 98,863 % Lauge ihren höchsten Punkt. Die im Vorversuch ausgeführten Titrationen konnten berichtigt werden. Die Kurve Pottasche zeigt bis etwa 1 Fe: 12 l H_2O ein unregelmäßiges Steigen und Fallen; dann steigt



Figur 7.

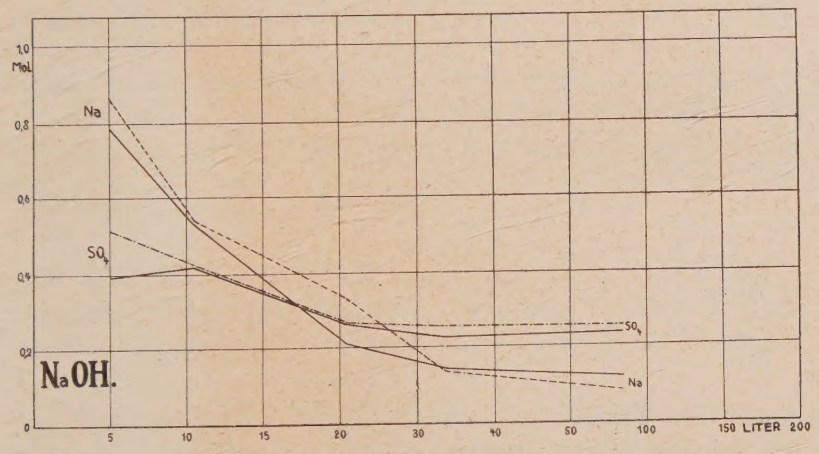
die Kurve regelmäßig, d. h. mit zunehmenden Wassermengen vergrößern sich auch die zuzusetzenden Laugenmengen. Bei Verdünnung 1 Mol Fe: 180,15 l H_2O müssen sogar 102,09 % Pottasche, d. h. mehr als äquivalent, zugesetzt werden, um in der Eisenlösung einen dauernden Niederschlag zu erzeugen.

Die Kurve für Natronlauge ist der Pottaschekurve nahezu parallel, nur sind die Werte von NaOH anfangs etwas höher von Verdünnung 1 Fe: 67 l H_2O an etwas niedriger als die von Pottasche. Die Titrationskurve von Ammonkarbonat steigt bis Verdünnung 1 Fe: 35,7 l H_2O ziemlich rasch an, dann etwas langsamer und gleicht in ihrem Verhalten der Sodakurve, wenn auch die Ammonkarbonatwerte höher liegen.

Ein eigenartiges Verhalten zeigen die Kurven NH_3 sowohl bei Eisenchlorid als auch bei Eisensulfat. (Fig. 7.) Die NH_3-Kurve fällt bis 1 Fe: 17 l H_2O sehr stark, um dann wieder langsam zu

steigen; jedoch liegt der Endpunkt der Kurve noch immer niedriger als der Anfangspunkt, während bei sämtlichen anderen Kurven das Umgekehrte der Fall war, d. h. der Wasserzusatz wirkt begünstigend auf das Zustandekommen des Niederschlages ein.

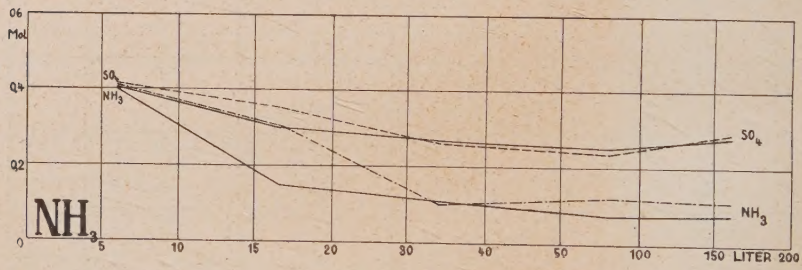
Die Ergebnisse der Analysenresultate bei den Umsetzungen von Eisensulfat mit NaOH und NH_3 wurden in gleicher Weise wie bei den vorhergehenden Versuchen aufgezeichnet. Das Kurvenbild (Fig. 8), das die Reaktionsvorgänge zwischen Eisensulfat und NaOH darstellt, zeigt im Vergleich mit denselben



Figur 8.

Versuchen der Eisenchloridreihe eine bedeutend geringere Beteiligung des zweiwertigen Anions SO_4" an der Bodenkörperzusammensetzung; dagegen ist der Gehalt an Alkali beträchtlich und weicht wenig von den bei der Eisenchloridreihe gefundenen Resultaten ab. Während die Versuche mit Eisenchlorid ergeben haben, daß bei sehr großer Verdünnung das Chlor fast ganz aus dem Niederschlag verschwindet (0,01 bis 0,05 Mol), zeigen diese Versuche, daß der Bodenkörper auch bei sehr starker Verdünnung noch bedeutende Mengen der zweiwerten Säure SO_4" (0,2—0,3 Mol) enthält. Dagegen zeigt das Abfallen der Na-Kurve an, daß der Na-Gehalt des Bodenkörpers mit zunehmender Verdünnung bedeutend abnimmt und sich also wie bei den Versuchen mit Eisenchlorid verhält. Die

Veränderung, die der Bodenkörper durch dreitägiges Stehenlassen erleidet, zeigen die gestrichelten Kurven. Bemerkenswert erscheint, daß der Bodenkörper bis zu einer Verdünnung von etwa 500 Mol aq geringe Mengen SO_4 aus dem Filtrat absorbiert; bei 500—1000 Mol aq bleibt der Säuregehalt des Niederschlages beim Stehenlassen nahezu konstant, um dann bei weiterer Verdünnung wieder Spuren von SO_4 aufzunehmen. Bei etwa 7000 Mol aq. diffundiert wieder SO_4 in das Filtrat. Dieses Kurvenbild sowie auch die Versuchsreihe mit NH_3 (Fig. 9) zeigt, daß das zweiwertige Anion SO_4'' ein bedeutend geringeres Diffusionsvermögen aufweist wie die einwertige Gruppe Cl'. Bis zu einer Verdünnung von 1100 Mol aq



Figur 9.

nimmt der Niederschlag wechselnde Mengen an Natrium auf, bei weiterer Wasserzunahme dagegen geht Na in das Filtrat über. Der bei Verdünnung 336 Mol aq mit NH_3 entstandene Niederschlag weist ebenfalls geringere Mengen an Säure auf wie derjenige bei gleicher Konzentration mit Eisenchlorid entstandene Bodenkörper.

Die SO_4-Kurve fällt bis etwa 1100 Mol aq nur schwach, um dann mit zunehmenden Wassermengen wieder zu steigen. Bis etwa 1100 Mol aq. werden geringe Mengen SO_4 aus dem Filtrat aufgenommen. Der erhöhte Wasserzusatz ändert die Zusammensetzung des Niederschlages auch nach dreitägigem Stehen nur sehr wenig, die beiden SO_4-Kurven decken sich beinahe. Bis zu einer Verdünnung von 1100 Mol aq nimmt der Bodenkörper durch das Stehenlassen ziemliche Mengen an NH_3 auf. Bei noch stärkerer Verdünnung absorbiert der Niederschlag NH_3 in weniger starkem Maße im Gegensatz zu dem vorher-

gehenden Versuch, wo bei gleicher Verdünnung das Alkali in das Filtrat überging.

Die Titrationsresultate bei der Eisensulfatlösung wurden in gleicher Weise wie bei Eisenchlorid aufgezeichnet (Fig. 7). Die Na-Kurve zeigt bei den Versuchen mit Eisensulfat zu Beginn ähnliche Schwankungen wie bei denen von Eisenchlorid, und steigt dann langsam an. Der Prozentzusatz an Lauge, die man einer Eisensulfatlösung zusetzen muß, um einen dauernden Niederschlag zu erzeugen, ist geringer als bei den gleichen Versuchen mit Eisenchloridlösungen.

Die NH_3-Kurve zeigt zunächst eine geringe Steigung und erreicht in Punkt 34,2 Liter und 93,3 Proz. ihren höchsten Stand, um von hier aus ziemlich rasch und gleichmäßig zu fallen, so daß auch hier der Endpunkt bedeutend tiefer liegt wie der Anfangspunkt; auch hier tritt wie bei derselben Versuchsreihe mit Eisenchlorid bei Anwesenheit von viel Wasser die Ausfällung des Niederschlages bei geringerem Laugenzusatz ein.

Vorliegende Arbeit wurde im chemischen Institut der Universität Erlangen auf Veranlassung des Herrn Professor Dr. Eduard Jordis ausgeführt.

Es ist mir eine aufrichtige Pflicht, meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Professor Dr. E. Jordis, für seine wertvollen Ratschläge und seine unermüdliche tatkräftige Unterstützung, sowie für das mir stets in hohem Maße bewiesene Wohlwollen meinen verbindlichsten Dank auch an dieser Stelle auszusprechen.

Lebenslauf.

Mein Name ist Friedrich Zuber, prot. Konfession, geboren am 12. März 1888 zu Würzburg als Sohn des kgl. Postamtsdirektors Ferdinand Zuber in Zweibrücken und dessen Ehefrau Bina geb. Hohwald. Ich besuchte die Volksschule meiner Vaterstadt, absolvierte 1905 die kgl. Kreisrealschule in Würzburg, 1907 die kgl. Industrieschule in Nürnberg. Hierauf widmete ich mich dem Studium der Chemie und Naturwissenschaft, und zwar von W.S. 1907/08 bis S.S. 1910 an der Universität Würzburg, von S.S. 1910 bis S.S. 1912 an der Universität Erlangen. Juli 1910 bestand ich als Privatstudierender das Absolutorium an der kgl. Kreisoberrealschule Würzburg, W.S. 1910/11 das anorganische und organische Verbandsexamen an der Universität Erlangen. Oktober 1910 und Oktober 1911 bestand ich die Lehramtsprüfung für Chemie und Naturwissenschaft. Das mündliche Promotionsexamen legte ich am 7. März 1912 in Erlangen mit Erfolg ab.